

**MAGNETISCHES VERHALTEN VON AMORPHEN
SM_{100-X}CO_X SCHICHTEN MIT $70 \leq X \leq 90$**

Dissertation
zur Erlangung des Grades
Doktor-Ingenieur
der Abteilung für Elektrotechnik
an der Ruhr-Universität Bochum

von

Andreas Nest
Hannover

Bochum 1983



MAGNETISCHES VERHALTEN VON AMORPHEN

$\text{SM}_{100-X}\text{CO}_X$ SCHICHTEN MIT $70 \leq X \leq 90$

Dissertation

zur Erlangung des Grades

Doktor-Ingenieur

der Abteilung für Elektrotechnik

an der Ruhr-Universität Bochum

von

Andreas Nest

Hannover

Bochum 1983

Dissertation eingereicht am: 07.09.1983

Tag der mündlichen Prüfung: 04.11.1983

Referent: Prof. Dr. E. Kneller

Korreferent: Prof. Dr. S. Methfessel

I n h a l t

Seite

Problem	1
Ergebnisse	3
1. Proben	7
1.1. Herstellung	7
1.2. Röntgenstrukturanalyse	11
1.3. Elektrischer Widerstand	15
2. Messung der magnetischen Eigenschaften	17
2.1. Probenvibrationsmagnetometer	17
2.2. Torsionsmagnetometer	20
2.2.1. Torsionsamplituden	22
2.2.1.1. Drehung um die z-Achse	24
2.2.1.2. Drehung um die y-Achse	25
2.2.1.3. Drehung um die x-Achse	26
2.2.2. Meßkurven	32
3. Primäre magnetische Eigenschaften	37
3.1. Meßgrößen	37
3.2. Remanente Magnetisierung, $\langle M \rangle$	39
3.3. Induzierte uniaxiale Anisotropie, K_u	40
3.4. Planare Anisotropie, K_p	44
3.5. Diskussion	44
4. Quasistatische Hystereseigenschaften	50
4.1. Wechselfeldhysterese in der Schichtebene	50
4.2. Koerzitivfeldstärke, H_c	52
4.3. Suszeptibilität, χ	57
4.4. Rotationshysterese	58

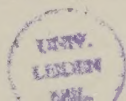
	Seite
5. Thermische Nachwirkung der Magnetisierung	63
5.1. Übersicht	63
5.2. Formale Beschreibung	64
5.3. Nachwirkungskurven	68
5.4. Auswertung	70
6. Domänenstruktur	79
6.1. Abhängigkeit von Materialparametern	79
6.2. Domänenkeimbildung und Wachstum	84
6.3. Abhängigkeit von der Magnetisierung	89
6.4. Charakteristische Eigenschaften	90
7. Thermische Stabilität und Alterung	92
Literaturverzeichnis	96
Danksagungen	
Bildungsgang	

Problem

Seit der Entdeckung der hohen Kristallanisotropieenergie der Seltenen Erd-Kobalt Legierungen um das Jahr 1966 /1-3/ haben diese Verbindungen großes wissenschaftliches und auch wirtschaftliches Interesse gefunden. Ihr hohes Energieprodukt, ihre große magnetische Härte bei gleichzeitig hoher Magnetisierung hat neue Möglichkeiten in der Dauermagnettechnologie eröffnet. Besonders die Verbindungen SmCo_5 und $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ und die aus ihnen durch teilweise Substitution des Kobaltanteiles durch andere 3d-Metalle abgeleiteten Legierungen erwiesen sich für Dauermagnetanwendungen als geeignet.

Dem großen Aufwand an Grundlagenforschung und anwendungsorientierter Forschung an massiven Samarium-Kobalt Verbindungen steht nur eine sehr geringe Zahl von Untersuchungen an dünnen Schichten gegenüber. Frühe Arbeiten auf dem Gebiet /4-7/ der Sm-Co Schichten zielten darauf hin, Proben mit hohen Koerzitivfeldstärken - ähnlich den an massivem Material gemessenen - herzustellen. Erst durch Arbeiten der letzten Zeit /8-13/, die zum Teil zeitlich parallel mit der vorliegenden Arbeit durchgeführt wurden, hat sich herausgestellt, daß amorphe Sm-Co Schichten ganz neue, mit Eigenschaften von Massivmaterial entsprechender Zusammensetzungen nicht zu vergleichende Eigenschaften haben.

Vom Standpunkt der Grundlagenforschung sind amorphe Sm-Co Schichten von Interesse, da ihr magnetisches Verhalten offenbar durch hohe Anisotropien bei relativ geringer Austauschenergie bestimmt ist; sie sind durch ihr hartmagnetisches Verhalten



im Bereich der amorphen, magnetischen Materialien eine Art "Gegenstück" z.B. zu den durch "melt spinning" hergestellten amorphen, weichmagnetischen Co-Fe-B Bändern, deren Eigenschaften wesentlich durch die Austauschenergie bei geringem Einfluß der Anisotropien bestimmt ist.

Vom Standpunkt der anwendungsorientierten Forschung sind Sm-Co Schichten ein sehr vielversprechendes Material zur Herstellung vom Massenspeichern: Ihre Koerzitivfeldstärken um 60 kA/m bei Raumtemperatur liegen in einem Bereich, der den Koerzitivfeldern der meisten in kommerziell erhältlichen Massenspeichern verwendeten Materialien entspricht. Die rechteckförmige Hystereseschleife der amorphen, aufgedampften Sm-Co Schichten läßt bei einer Anwendung als Massenspeicher für digitale Signale eine sehr geringe Übergangslänge zwischen zwei Bereichen entgegengesetzter Magnetisierung und damit eine große Informationsdichte erwarten.

Das Ziel meiner Arbeit bestand darin, das magnetische Verhalten des durch Aufdampfen im Vakuum hergestellten amorphen

$\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Materials im Konzentrationsbereich $70 \leq x \leq 90$ zu untersuchen; dabei sollten folgende Fragen beantwortet werden:

- 1.) Welche primären Eigenschaften bestimmen das magnetische Verhalten der aufgedampften Sm-Co Schichten?
- 2.) Wodurch sind die an den Schichten beobachteten magnetischen Anisotropien bestimmt?
- 3.) Welche Art von Ummagnetisierungsprozess liefert die beobachteten rechteckigen Hysteresekurven?

Ergebnisse

- 1) Amorphe $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten mit $70 \leq x \leq 90$ können durch Aufdampfen im Hochvakuum aus zwei Quellen auf Glassubstrate bei Zimmertemperatur hergestellt werden.
- 2) Die Schichtebene ist die leichte Ebene der Magnetisierung wegen der Formanisotropie sowie einer planaren Anisotropie, $K_p \approx 10^6 \text{ J/m}^3$, die auf eine lokale Anisotropie der Größe $K_{\text{lok}} \approx 10^7 \text{ J/m}^3$ schließen läßt. Die leichten Achsen der lokalen Anisotropie sind räumlich verteilt. Die Verteilungsfunktion ist ein abgeflachtes Rotationsellipsoid, dessen kurze Achse senkrecht auf der Schichtebene steht.
- 3) Durch Anlegen eines Magnetfeldes der Größe $H = 40 \text{ kA/m}$ parallel zur Schichtebene während des Aufdampfvorganges wird eine uniaxiale Anisotropie $K_u \approx 10^5 \text{ J/m}^3$ mit Vorzugsrichtung parallel zur Feldrichtung induziert.
- 4) K_u und K_p hängen linear von der SmCo_5 Konzentration einer Probe ab. Beide Anisotropien hängen in gleicher Weise von der Temperatur ab wie die an kristallinem Material gemessene Kristallanisotropieenergie K_1 . Aus diesen beiden Ergebnissen wird geschlossen, daß K_p , K_u und damit auch K_{lok} auf SmCo_5 Nahordnungskomplexe zurückzuführen sind. K_u entsteht durch partielle Ausrichtung der leichten Achsen solcher Komplexe im Magnetfeld während des Aufdampfens.
- 5) Die an den Proben gemessene "spontane" Magnetisierung $\langle M \rangle$

ist der Mittelwert der lokalen Magnetisierungen unter dem Einfluß der lokalen Anisotropie- und Austauschfelder. Die Messungen ergeben für $\langle M \rangle$ Werte, die z.T. beträchtlich kleiner sind als die an kristallinem Material gleicher Zusammensetzung gemessene spontane Magnetisierung, M_{skr} . Die in der Arbeit angegebenen Werte für $\langle M \rangle$ sind als untere Grenze für die Magnetisierung des amorphen Materials anzusehen, weil die Schichten wahrscheinlich Hohlräume enthalten, deren Anteil am Gesamtvolumen nicht gemessen werden kann. Das "random anisotropy" Konzept für amorphe Magnetika erscheint geeignet, das Verhalten der Schichten in Bezug auf ihre Anisotropie und Magnetisierung zu beschreiben.

- 6) Die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung aller hergestellten Schichten entspricht der Gleichung $\langle M \rangle(T) = \langle M \rangle(0) (1 - B \cdot T^{3/2})$. Die Konstante B hängt von der Zusammensetzung ab und hat die Größenordnung $10^{-5} \text{ K}^{-3/2}$.
- 7) Die quasistatischen Hystereseschleifen haben oberhalb einer von der chemischen Zusammensetzung der Proben abhängigen Temperatur rechteckige Form mit einer von Temperatur und Zusammensetzung abhängigen Koerzitivfeldstärke zwischen 3 kA/m und 240 kA/m. Die Größe der Koerzitivfeldstärke relativ zur Sättigungsfeldstärke sowie eine Auswertung der Rotationshystereseverluste zeigen, daß die Magnetisierungsrichtung während der Ummagnetisierung inhomogen wird.
- 8) Die zeitliche Änderung der Magnetisierung bei konstantem äußeren Magnetfeld und konstanter Temperatur läßt sich als

Nachwirkung des Jordan Typs beschreiben, die durch thermische Schwankungen entsteht. Das Spektrum der Relaxationszeiten dieser Nachwirkung ist extrem schmal.

- 9) Eine Beschreibung der Nachwirkungskurven durch das von Néel und Brown berechnete Nachwirkungsmodell für unabhängige Teilchen mit uniaxialer Anisotropie ist nicht geschlossen für alle Zusammensetzungen und Temperaturen möglich. Eine Berücksichtigung der Wechselwirkung der Teilchen untereinander ist offenbar zur Erklärung der Nachwirkungskurven nötig.
- 10) Die Ummagnetisierung geschieht durch heterogene Keimbildung von umgekehrt magnetisierten Domänen an Störungen der Schicht und folgende Verschiebung der Domänenwände.
- 11) Die Domänenkonfiguration von $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten mit $x < 80$ läßt einen Vergleich mit Wechselwirkungsdomänen zu. Erst für $x > 85$ bekommen die Domänenwände den Charakter von Néelwänden.

Ein Teil der Ergebnisse ist bereits veröffentlicht worden
/14,15/.

1. Proben

1.1. Herstellung

Die Sm-Co Schichten wurden durch gleichzeitiges Verdampfen aus zwei Quellen der Elemente bei einem Druck um 10^{-6} mbar auf ebene Glassubstrate hergestellt. Das Restgas war frei von Kohlenwasserstoffen, da mit Stickstoff gekühlte Adsorptionspumpen als Vorpumpen und eine Ionengetterpumpe als Hochvakuumpumpe benutzt wurden.

Die Aufdampfquellen bestanden aus Kobalt der Reinheit 99,999 und Samarium der Reinheit 99,9. Samarium wurde aus einem widerstandsbeheizten Wolframschiffchen, Kobalt mit einer Elektronenstrahlkanone (Ablenkwinkel 180°) der Firma Varian verdampft. Die Aufdampfraten beider Komponenten wurden mit zwei Omnicontrol II Geräten der Firma Sloan mit 5 MHz Schwingquarzen überwacht. Die normale Aufdampfzeit betrug etwa 5 Minuten bei einer mittleren Aufdampftrate von 0,3 nm/s für jede der beiden Komponenten.

Die Schichten wurden durch eine kreisförmige Lochmaske mit 4 mm Durchmesser auf den Träger aufgedampft. Der Abstand der beiden Quellen voneinander betrug etwa 10 cm, der Abstand der Quellen zum Substrat etwa 50 cm.

In allen unter diesen Bedingungen aufgedampften Proben war die Schichtebene wegen der Formanisotropie, K_M , und einer planaren Anisotropie, K_P , die leichte Ebene der Magnetisierung. Zusätzlich trat in allen Proben eine uniaxiale Anisotropie, K_u , auf,

deren leichte Achse in der Schichtebene lag. Die Größe von K_u und die Richtung ihrer leichten Achse variierten mit jedem Aufdampfvorgang; ein eindeutiger Zusammenhang der Variation mit magnetischen Streufeldern am Probenort, den verwendeten Substraten oder der geometrischen Anordnung von Quellen und Substrat in der Aufdampfglocke konnte nicht nachgewiesen werden. Aus diesem Grund wurden alle in der vorliegenden Arbeit diskutierten Schichten in einem parallel zur Trägersoberfläche orientierten homogenen Magnetfeld von 40 kA/m eines Dauermagneten aufgedampft. Die magnetischen Eigenschaften wurden durch diese Maßnahme bei gleicher chemischer Zusammensetzung und gleichen Trägereigenschaften hinreichend reproduzierbar.

Um den Einfluß des Substrates, d.h. der Kohärenzspannungen, auf die Größe der induzierten Anisotropie und/oder planaren Anisotropie zu überprüfen, wurden Schichten gleicher Zusammensetzung und Schichtdicke auf Glas, mit Formvar (Polyvenylformal) beschichtetes Glas und auf Plexiglas aufgedampft. In der induzierten Anisotropie, K_u , wurde kein meßbarer Unterschied gefunden; die planare Anisotropie, K_p , der auf Formvar und Plexiglas aufgedampften Proben war im Mittel um weniger als 10 % kleiner als die der auf Glas aufgedampften Schichten. Das Ergebnis dieser Untersuchung zeigt, daß Spannungsanisotropien nur eine untergeordnete Rolle spielen. Ebenso kann die Größenordnung der planaren Anisotropie, K_p , von 10^6 J/m^3 nicht durch Spannungsanisotropie erklärt werden.

Somit wurde während der gesamten Arbeit Glas als Trägermaterial

benutzt. Handelsübliche Objektträger wurden mit einem Diamantgriffel vor dem Bedampfen in 5 mm x 5 mm große Scheibchen zerschnitten und in reinem Äthanol gesäubert.

Ein feldfreier Ofen ermöglichte ein Heizen der Träger bzw. der aufgedampften Proben im Vakuum auf Temperaturen bis 900 K.

Die Dicke der aufgedampften Schichten wurde mit der Vielstrahlinterferenzmethode nach Tolansky /16/ bestimmt. Zu diesem Zweck wurden zwei der sechs bei einem Aufdampfvorgang hergestellten Proben mit Silber bedampft. An einem "Orthoplan" Mikroskop der Firma Leitz mit Tolanskyvorsatz wurden mit Hilfe einer Natriumdampflampe (Na D-Linie $\lambda = 589 \text{ nm}$) Interferenzlinien erzeugt und mit Ilford HP5 Film fotografiert. Die Abzüge dieser Aufnahmen wurden zur Bestimmung der Schichtdicke benutzt.

Die chemische Zusammensetzung der aufgedampften Schichten wurde durch eine Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) mit einer von der Firma Philips hergestellten Anlage bestimmt. Zur Analyse wurden jeweils drei kreisförmige Proben aus einer Charge bei evakuierter Probenkammer gleichzeitig der Strahlung einer Au-Röhre ausgesetzt. Gemessen wurden die Fluoreszenzintensitäten der $K\alpha_1$ -Strahlung für Kobalt und der $L\alpha_1$ -Strahlung für Samarium; dabei wurden ein LiF Kristall als Analysatorkristall und ein Szintillationszähler als Empfänger der Fluoreszenzstrahlung benutzt.

Die Eichung des Verfahrens geschah durch Vergleich mit drei verschiedenen Sorten von Standardproben:

- 1) Flüssige Standardproben, hergestellt durch Lösen der reinen (Ausgangs-) Metalle in konzentrierter HNO_3 und anschließen- dem Verdünnen mit destilliertem Wasser auf 0,5 W/o . Der Sm-Co Gehalt der Standardlösungen war durch die Einwaagen bestimmt.
- 2) Standardproben in Form von aufgedampften Schichten. Die Zusammensetzung der Schichten war durch eine naßchemische Analyse und nach Lösen und Verdünnen entsprechend 1) durch eine Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt worden.
- 3) Massive Standardproben, die im Institut hergestellt oder von der Firma Goldschmidt, Essen, zur Verfügung gestellt worden waren. Die Zusammensetzung dieser massiven Proben wurde ebenfalls durch eine naßchemische Analyse und durch eine Röntgenfluoreszenzanalyse der 0,5 W/o Lösung bestimmt.

Zur Herstellung aller Lösungen wurde konzentrierte Salpetersäure verwendet, da diese für Röntgenstrahlung ein geringes, dem des Wassers nahekommendes Absorptionsvermögen hat /18/. Der Vergleich der Fluoreszenzintensitäten der drei verschiedenen Arten von Standardproben miteinander war nur über die Lösungen möglich, da nur in diesem Fall Matrixeffekte wie Resonanzfluoreszenz und unterschiedliches Absorptionsverhalten (durch verschiedene Oberflächenbeschaffenheit und geometrische Abmessungen) nicht speziell berücksichtigt zu werden brauchten. Auf diese Weise konnte die Eichgerade bestimmt werden, die zur Bestimmung der Zusammensetzung aus den direkt an den Schichten gemessenen Fluoreszenzintensitäten während der gesamten Arbeit

benutzt wurde. Mit Hilfe der in das Eichverfahren einbezogenen massiven Sm-Co Standardproben konnte die Eichung nach Umbauten am RFA Gerät problemlos überprüft werden.

Der absolute Fehler Δx_a der Bestimmung der Co Konzentration ist im betrachteten Zusammensetzungsbereich $\Delta x_a = \pm 1,5 \text{ a/o}$. Der relative Fehler dieses Meßverfahrens ist bei den zur Verfügung stehenden geringen Probenmengen im wesentlichen durch die Zählstatistik bestimmt. Generell wurde so lange gezählt, bis der relative Meßfehler $\Delta x_r < 1 \text{ a/o}$ war. Die Meßkammer wurde dabei stets auf 10^{-4} bar evakuiert. Die Probengeometrie brauchte nicht gesondert berücksichtigt zu werden, da immer Proben mit gleicher Fläche und Dicke untersucht wurden. Totzeiteffekte im Szintillationszähler wurden durch eine geeignete Wahl der Betriebsdaten der Au-Röhre ($U = 30 \text{ kV}$, $I = 25 \text{ mA}$) vermieden. Während des letzten Teiles der Arbeit stand ein Rasterelektronenmikroskop mit einer EDAX-Anlage zur Verfügung. Das Programm zur Bestimmung der Zusammensetzung dünner Schichten dieser Anlage, das die oben beschriebenen Standards nicht benutzt, lieferte Ergebnisse für die Zusammensetzung der Schichten, die im Rahmen der Meßgenauigkeit beider Verfahren mit den RFA Ergebnissen übereinstimmten.

1.2. Röntgenstrukturanalyse

Die Strukturuntersuchungen an den aufgedampften Schichten er-

wiesen sich zunächst als sehr problematisch: Die diffusen Röntgenreflexe der amorphen Glassubstrate überlagerten die der aufgedampften Proben in einer Weise, die eine Auswertung der durch die Schicht alleine hervorgerufenen Reflexe unmöglich machte. Deshalb wurden die Substrate vor dem Bedampfen mit Formvar Lack (Polyvenylformal) überzogen (eine Überprüfung zeigte, daß die magnetischen Eigenschaften dadurch nur unwesentlich geändert wurden). Mit Hilfe einer Glasschneide war es dann möglich, die Schicht in Form von kleinen Spänen vom Träger zu lösen; diese wurden auf der Spitze eines Glasfadens fixiert. In einer Weissenbergkamera der Firma Enraf Nonius konnte der Röntgenstrahl (Mo K α mit Zr-Filter, $\lambda = 71,07$ pm) durch einen Kollimator so fokussiert werden, daß nur die Späne der Sm-Co Schicht bestrahlt wurden.

Eine so entstandene Beugungsaufnahme einer Sm-Co Schicht zeigt die Fig. 1.1. Die Beugungsaufnahme eines großen getrockneten Formvartropfens wird zum Vergleich im selben Bild gezeigt. Die Auswertung des Beugungsbildes der Schicht ist in der Tab. 1 zusammengefaßt:

Im wesentlichen treten zwei starke und vier schwache Beugungsmaxima auf. Der äußere Rand des ersten starken Maximums (1b) läßt sich dem Sm-Sm Abstand in kristallinem SmCo₅ zuordnen. Der innere Rand (2a) des zweiten starken Maximums entspricht den Sm-Co und Co-Co Abständen, die in kristallinem Material gefunden werden. Der äußere Rand des zweiten Maximums (2b) kann dem Sm-Sm Abstand in zweiter Beugungsordnung oder dem Abstand

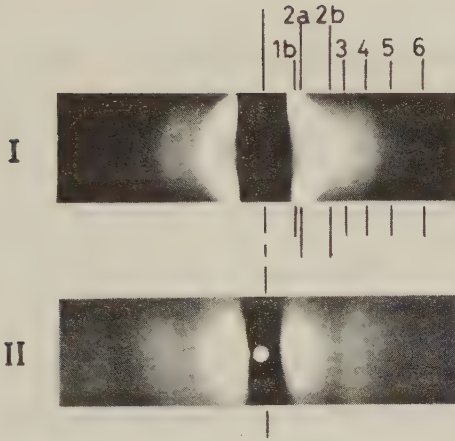


Fig. 1.1: Mit MoK_α (Zr Filter) Strahlung erzeugtes Röntgenbeugungsbild I einer amorphen SmCo_5 Schicht, II von reinem PVF. Die Belichtungszeit für Bild II war viermal so lang wie für Bild I.

diffuser		sin θ		Atomabstand in Nanometer		Interpretation	
Beugungs-	ring						
Nr.	Ort	beob.	Rechn.	beob.	Kristall	Ordn.	Atome
1	b	0,0958	-	0,371	0,362	1	Sm-Sm
	a	0,1175	-	0,302	0,306	1	Sm-Co
2	-	-	-	-	0,25	1	Co-Co, regulär
			0,1916		-	2	Sm-Sm(Ring 1)
	b	0,1951		0,182			
			-		0,167	1	Co-Co Paare in $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$
3	max	0,24	0,2350	-	-	2	Sm-Co(Ring 2a)
4	max	0,30	0,2874	-	-	3	Sm-Sm(Ring 1)
			0,3525	-	-	3	Sm-Co(Ring 2a)
5	max	0,37	0,3832	-	-	2	Co-Co(Ring 2b)
6	max	0,46	0,4700	-	-	4	Sm-Co(Ring 2a)

Tab. 1: Ergebnisse der Röntgenbeugung an einer amorphen $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$ Schicht, erhalten mit Mo K_α Strahlung (Zr-Filter, $\lambda = 71,07$ pm).

des Co-Co Hantelpaares in kristallinem $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ zugeordnet werden. Die folgenden schwachen Intensitätsmaxima entsprechen höheren Beugungsordnungen an den vorgenannten Atomabständen.

1.3 Elektrischer Widerstand

An einigen Schichten wurde direkt nach dem Aufdampfen in situ der elektrische Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen. Eine typische Meßkurve zeigt die Fig. 1.2 für eine SmCo_5 -Schicht bei einer Aufheizgeschwindigkeit von 15 K/min. Die Messung beginnt im "wie gedampften" Zustand bei (A) bei 76 Ohm und endet im vollständig kristallisierten Zustand bei (C) mit 42 Ohm. Das relativ große Verhältnis $(R_A - R_C)/R_A = 0,45$ deutet darauf hin, daß die Probe im Ausgangszustand (A) eher amorph als mikrokristallin war. Der Knickpunkt in der Kurve bei etwa 450 K kennzeichnet den Beginn irreversibler Gefügeänderungen, der sich auch in der Temperaturabhängigkeit magnetischer Eigenschaften widerspiegelt. Die Kristallisation beginnt erst bei etwa 700 K. Die Abkühlkurve ist reversibel.

Der Beginn der Kristallisation bei etwa 700 K läßt vermuten, daß der amorphe Zustand der Schichten eine relativ hohe Stabilität besitzt. Hohe thermische Stabilität des Materials ist eine wichtige Voraussetzung, wenn amorphes Sm-Co Material zur

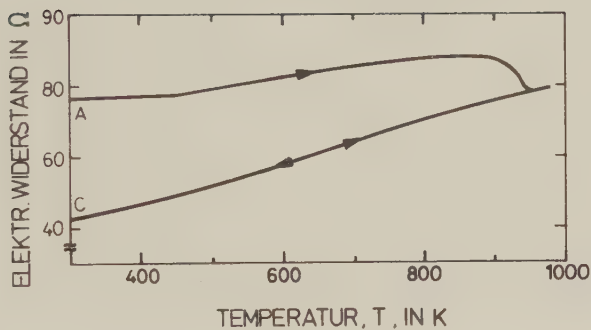


Fig. 1.2: Temperaturzyklus des elektrischen Widerstandes einer Sm Co₅ Schicht. Die Kurve beginnt im amorphen Zustand der Probe bei (A) und endet im vollständig kristallisierten Zustand bei (C). Die Abkühlkurve ist reversibel.

Herstellung von Massenspeichern verwendet werden soll. Eine Betrachtung des Alterungsverhaltens der amorphen Sm-Co Schichten wird in Kapitel 7 durchgeführt.

2. Messung der magnetischen Eigenschaften

Die magnetischen Eigenschaften einer Schicht werden durch spontane Magnetisierung, Anisotropien, Form der Hystereseschleife, Remanenz, Koerzitivfeldstärke und Ummagnetisierungsverluste charakterisiert. Alle diese Eigenschaften sind Funktionen der Temperatur und der Probenzusammensetzung. Die Eigenschaften können mit verschiedenen Verfahren gemessen werden. Die in dieser Arbeit benutzten Meßgeräte, Probenvibrationsmagnetometer und Torsionswaage, sowie die verschiedenen Möglichkeiten zur Auswertung der Drehmomentenmessungen werden nachfolgend beschrieben und diskutiert.

2.1 Probenvibrationsmagnetometer

Zur Messung von quasistatischen Wechselfeld-Hystereseschleifen (Feldfrequenz 10^{-2} Hz bis 10^{-3} Hz) wurde ein im Institut vorhandenes Probenvibrationsmagnetometer (PVM) Typ 155 der Firma PAR benutzt. Bei diesem von Foner /18/ in die Meßtechnik eingeführten Gerät induzieren die Streufelder einer in einem homogenen Magnetfeld periodisch bewegten Probe in einem aus vier Spulen bestehenden Aufnehmersystem eine zur magnetischen Polarisation der Probe direkt proportionale Wechselspannung. Durch nachfolgende Integration und mit einem Gerätefaktor, der über eine Eichmessung bestimmt wird, und dem Probenvolumen erhält man die Magnetisierung der Probe in $[\text{emu}/\text{cm}^3]$. Mit dem

Doppeljochmagneten Typ B-E20 C 8 der Firma Bruker war bei einem Polschuhdurchmesser von 80 mm und einem Polschuhabstand von 60 mm ein magnetisches Feld von etwa 1,36 MA/m erreichbar. Das Magnetfeld am Probenort wurde mit einer Hallsonde Typ 640 der Firma Bell gemessen. Die relative Genauigkeit dieses Gerätes war nach Werksangaben besser als 1,5 %.

Das Ausgangssignal des Feldmeßgerätes wurde auf den x-Eingang, das Ausgangssignal des PVM auf den y-Eingang eines Rohde und Schwarz x-y-Schreibers vom Typ ZSK2 gegeben.

Wegen der sehr geringen Probenmenge ($\approx 2 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^{-3}$) betrug die Anzeige im empfindlichsten Meßbereich des PVM nur 5 % bis 15 % des Vollausschlages. Das dadurch bedingte schlechte Signal-Rauschverhältnis von, je nach Probenmenge und Zusammensetzung, 4 : 1 bis 20 : 1 ergab für die Bestimmung der Sättigungsmagnetisierung bereits einen Fehler von bis zu 15 %. Außerdem hat das PVM den prinzipiellen Nachteil, daß die Magnetisierung des Probenhalters immer mitgemessen wird, was bei den geringen Probenmengen zu weiteren Fehlern führt. Um diese Fehler so gering wie möglich zu halten, wurde ein Glasrohr von 5 mm Durchmesser und einer Wandstärke von etwa 0,5 mm als Probenhalter benutzt. Dieser Probenhalter hatte in einem Feld von 800 kA/m bei Zimmertemperatur ein diamagnetisches Moment, das etwa 10 % des Probenmomentes betrug und bei Temperaturen um 100 K ein paramagnetisches Moment etwa gleicher Größe wie das der Probe. Größere Probenvolumina verringern zwar diese Fehler, erzeugen aber andere: Bei größeren Schichtdicken wird infolge von Entmagnetisierungseffekten das Feld in der Probe inhomogen; für

größere Schichtdurchmesser ist das äußere Feld im Bereich der Probe nicht mehr homogen. Deshalb wurde dieses Verfahren nur für Messungen mit Magnetfeld parallel zur Schichtebene und auch hierbei nur für die folgenden Zwecke verwendet: Messung der Koerzitivkraft sowie der Temperatur- und der Zeitabhängigkeit der Magnetisierung (Kriechkurven), Abschätzung der Größen von reversiblen Suszeptibilitäten und Zusatzsuszeptibilitäten und Feststellung der Form der Hystereseschleife.

Zur Messung der Magnetisierung im Temperaturbereich $77\text{ K} \leq T \leq 300\text{ K}$ bei konstantem Magnetfeld stand als Zusatzgerät zum PVM ein Stickstoff Badkryostat aus Glas ohne Temperaturregelung zur Verfügung. Nach dem Verdampfen des Stickstoffs stieg die Temperatur im Kryostaten so langsam $(dT/dt)|_{T=100\text{ K}} < 10\text{ K/min}$, daß eine dynamische Messung der Magnetisierung als Funktion der Temperatur im genannten Temperaturbereich möglich war. Die Proben temperatur wurde mit einem in unmittelbarer Nähe der Probe fixierten NiCr-Ni Thermoelement mit Eiswasser als Referenzpunkt mit einem Fehler $\Delta T < \pm 3\text{ K}$ bestimmt. Die quasistatische Messung einer Hysteresekurve im Temperaturintervall $77\text{ K} \leq T \leq 300\text{ K}$ ist mit diesem Gerät nicht möglich, da sich die Proben temperatur während eines Feldzyklus zu stark ändert.

Für Messungen von Hystereseschleifen im Temperaturbereich $4,2\text{ K} \leq T \leq 300\text{ K}$ stand ein Helium-Verdampferkryostat mit Temperaturregeleinrichtung zur Verfügung.

2.2. Torsionsmagnetometer

Zur Messung aller aus Drehmomentkurven bestimmbaren Größen wurde eine im Institut vorhandene, automatische Drehmomentwaage wieder in Betrieb genommen und an die speziellen Anforderungen von Dünnschichtmessungen angepaßt.

Das hier benutzte Gerät entspricht in seiner Funktion einem von R. F. Penoyer /18/ eingeführten Torsionsmagnetometer; die spezielle Ausführung ist von O. Lindenmaier /19/ und von R. Gerber und F. Villim /20/ beschrieben worden:

Die Probe hängt in einem langsam rotierenden ($\omega \approx 0,04 \text{ s}^{-1}$) homogenen Magnetfeld ($H_{\text{max}} = 2,4 \text{ MA/m}$ bei einem Polschuhabstand von 10 mm und einem Polschuhdurchmesser von 5 cm). Das auf die Probe wirkende Drehmoment wird über ihre Auslenkung aus der Nulllage mit einem photoelektrischen System gemessen und durch eine stromdurchflossene Spule kompensiert, die sich im Magnetfeld eines Hufeisenmagneten befindet. Der zur Kompensation notwendige Strom ist nach der Gleichung

$$T = n \cdot A [\vec{I} \times \vec{B}]$$

(T Drehmoment, n Windungszahl der Spule, A Fläche der Spule, $\vec{I}$ Strom durch die Spule, $\vec{B}$ Induktion im Luftspalt des Hufeisenmagneten) proportional zum Drehmoment. Eine zum Strom und damit zum Drehmoment proportionale Spannung wird als Eingangssignal für den y-Kanal eines x-y-Schreibers benutzt. Eine dem Felddrehwinkel θ ($0^\circ \leq \theta \leq 450^\circ$) proportionale Spannung wird als Eingangssignal für den x-Kanal des Schreibers benutzt.

Man erhält so Drehmomentkurven $T(\theta, H)$ bei konstanter Temperatur. Dieses Meßverfahren zeichnet sich durch eine große Empfindlichkeit ($5 \cdot 10^{-9}$ Nm wurden erreicht) und durch ein hohes Signal-Rausch Verhältnis von bis zu 500 : 1 aus.

Das System wurde mit der Formanisotropie von Ni-Drähten und aufgedampften Ni und β -Co Schichten geeicht. Der Vergleich der verschiedenen Eichmessungen untereinander ergab einen absoluten Fehler der Eichung von $\pm 1,5 \% / 22/$.

In den relativen Fehler aller aus Messungen der Torsionsamplitude entnehmbaren Größen geht der Fehler der Volumenbestimmung ein, der etwa $\pm 4 \%$ beträgt. Ein weiterer Fehler bei der Messung der Torsionsamplitude entsteht durch Fehljustierung der Probe im Magnetfeld. Eine Berechnung dieses Fehlers ist erst nach der Berechnung der Torsionsamplitude möglich und wird am Ende von Kapitel 2.2.1 durchgeführt.

Im Feldbereich um $H \approx 0,5 H_A$ (H_A Anisotropiefeld) tritt für den Fall, daß die leichte Achse der induzierten Anisotropie in der Drehebene des Magnetfeldes liegt, eine Rotationshysteresis auf: Wird die Drehrichtung des Feldes bei einem Winkel $\theta \leq 180^\circ$ umgekehrt, erhält man eine $T(\theta)$ -Kurve, die bezüglich des Punktes ($\theta = 90^\circ$, $T = 0$) punktsymmetrisch zu der zuvor gemessenen ist. Vorwärts- und Rückwärtskurve werden im Bereich $0 < \theta < 180^\circ$ durch eine Fläche von einander getrennt. Diese Fläche ist ein Maß für die zur Ummagnetisierung notwendige Energie, W_R .

Fehler der Messung der Hystereseverluste sind durch die Fehler der Messung der Torsionsamplitude wesentlich bestimmt, wenn die leichte Achse der induzierten Anisotropie in der Drehebene des Feldes liegt. Fällt sie aber mit der Drehachse des Feldes zusammen, so ist die Justierung der Probe im Magnetfeld der den Meßfehler alleine bestimmende Faktor bei der Messung (vgl. Kap. 4.4.).

In den folgenden Abschnitten wird gezeigt, wie die primären magnetischen Größen spontane Magnetisierung und Anisotropie aus Drehmomentmessungen ermittelt werden können.

2.2.1. Torsionsamplituden

Die Lage des benutzten Koordinatensystems zur Probe zeigt Fig. 2.1: Die xy-Ebene ist die Schichtebene und die leichte Ebene der Formanisotropie, $K_M = 2\pi\langle M \rangle^2$, und planaren Anisotropie, K_p ; die x-Achse fällt mit der leichten Achse der induzierten Anisotropie zusammen.

An allen Proben wird eine "spontane Magnetisierung", $\langle \vec{M} \rangle$, gemessen, deren Richtungskosinus durch α, β, γ bezeichnet werden; die Richtungskosinus des Vektors des Magnetfeldes, $\vec{H}$, werden $\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$ genannt. In beiden Fällen werden die zu den Kosinus gehörigen Winkel gegen die x-, y-, bzw. z-Achse gemessen.

Da es Hauptzweck dieses Kapitels ist, die Möglichkeiten zur Bestimmung der Größen $\langle M \rangle$, K_u und K_p aus Drehmomentkurven zu zei-

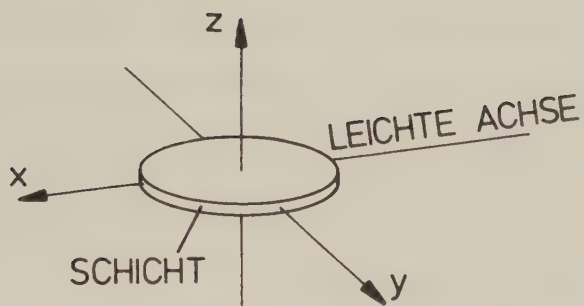


Fig. 2.1: Lage des benutzten Koordinatensystems zur Schicht.

gen, müssen an dieser Stelle die Abhängigkeiten $T(H, \alpha_0, \beta_0, \gamma_0)$ und die Feldabhängigkeit der Torsionsamplitude, $T(H)$, nur im Grenzfall kleiner und im Grenzfall großer Felder berechnet werden, d.h. nur für die Fälle, in denen die Magnetisierung $\langle M \rangle$ reversibel um die leichte Achse der induzierten Anisotropie, K_u , bzw. um die Richtung des Feldvektors $\vec{H}$ gedreht wird. Hier ist von "kleinen" Magnetfeldern zu reden, wenn $H \langle M \rangle \ll K$ gilt und außerdem H so klein ist, daß noch keine Rotationshysterese auftritt; "große" Magnetfelder heißt, daß $H \langle M \rangle \gg K$ gilt. In beiden Fällen ist K die Anisotropie der Probe in der Ebene, in der sich der Feldvektor $\vec{H}$ dreht.

In den folgenden Rechnungen ist ψ der Winkel, den die "spontane Magnetisierung" $\langle M \rangle$ mit der x-Achse bildet. Alle Rechnungen dieses Kapitels gelten nur für den Fall, daß die Probe vor Beginn der Messung in einem Feld parallel zur x-Achse gesättigt worden ist!

2.2.1.1. Drehung um die z-Achse

In diesem Fall bleiben $\vec{H}$ und $\langle \vec{M} \rangle$ in der xy-Ebene, d.h.

$\gamma = \gamma_0 = 0$. Dann gilt mit $\alpha = \cos \psi$, $\beta = \sin \psi$, $\alpha_0 = \cos \theta$, $\beta_0 = \sin \theta$ und dem Probenvolumen V für die Energiedichte,

$$E/V = K_u \sin^2 \psi - H \langle M \rangle \cos (\theta - \psi). \quad (2.1)$$

Bei bekanntem K_u und $\langle M \rangle$ ergibt sich der Gleichgewichtswinkel

zwischen $\langle M \rangle$ und der leichten Achse, $\psi(H, \theta)$ aus

$$\partial(E/V)/\partial\psi = K_u \sin 2\psi - H \langle M \rangle \sin(\theta - \psi) = 0. \quad (2.2)$$

Diese Gleichung wurde von Stoner und Wohlfahrt /23/ numerisch gelöst.

Für $H \langle M \rangle \ll K_u$ und wenn H so klein ist, daß keine Rotationshysterese auftritt, gilt $\cos \psi \approx 1$ und $\sin \psi \approx (H \langle M \rangle / 2 K_u) \sin \theta$; damit ergibt sich aus (2.1) für die Drehmomentdichte,

$$\begin{aligned} T_z(H, \theta)/V &= - \partial(E/V)/\partial\theta \\ &= - H \langle M \rangle [\sin \theta - (H \langle M \rangle / 4 K_u) \sin 2\theta]. \end{aligned} \quad (2.3)$$

Damit gilt für die Anfangssteigung der gegen das Feld H aufgetragenen Torsionsamplitude $\hat{T}$,

$$\lim_{H \rightarrow 0} \partial[\hat{T}_z(H)/V]/\partial H = \langle M \rangle, \quad (2.4)$$

und für die Steigung der Drehmomentkurve bei $\theta = 0$,

$$\lim_{\theta \rightarrow 0} \partial[T_z(H, \theta)/V]/\partial\theta = - H \langle M \rangle (1 - H \langle M \rangle / 2 K_u). \quad (2.5)$$

Für den Grenzfall großer Felder $H \langle M \rangle \gg K_u$ ergibt sich mit $\psi \approx \theta$ aus (2.1) für die Drehmomentdichte,

$$T_z(\theta)/V = - \partial(E/V)/\partial\theta = - K_u \sin 2\theta. \quad (2.6)$$

2.2.1.2. Drehung um die y-Achse

In diesem Fall rotiert $\vec{H}$ in der xz-Ebene, d.h. $\beta_0 = 0$.

Diese Ebene enthält die leichte (x-)Achse der induzierten Anisotropie K_u und die schwere (z-)Achse der planaren Anisotropie K_p ; das führt dazu, daß $\langle \vec{M} \rangle$ ebenfalls in der xz-Ebene bleibt. Damit ist der Fall der Drehung um die y-Achse formal identisch mit dem der Drehung um die z-Achse; es muß jedoch β durch γ und K_u durch $K_{ges} \equiv K_u + K_p + K_M$ mit $K_M \approx 2\pi \langle M \rangle^2$ ersetzt werden.

Für kleine Magnetfelder gilt dann mit $\alpha_0 = \cos \theta$, $\gamma_0 = \sin \theta$, $\alpha = \cos \psi$ und $\gamma = \sin \psi$ nach einer den Rechnungen des vorigen Kapitels entsprechenden Rechnung für $H \langle M \rangle \ll K_{ges}$,

$$T_y(H, \theta)/V = -H \langle M \rangle [\sin \theta - (H \langle M \rangle / 4 K_{ges}) \sin 2\theta], \quad (2.7)$$

und für $H \langle M \rangle \gg K_{ges}$,

$$T_y(\theta)/V = -K_{ges} \sin 2\theta. \quad (2.8)$$

(2.7) und (2.8) entsprechen (2.3) bzw. (2.6). Die Grenzwertbetrachtungen von (2.4) und (2.5) können analog durchgeführt werden und führen zu entsprechenden Ergebnissen.

2.2.1.3. Drehung um die x-Achse

$\vec{H}$ rotiert in der yz-Ebene, die senkrecht auf der leichten (x-)Achse steht, d.h. $\alpha_0 = 0$. Darum liegt im Fall kleiner Felder $H \langle M \rangle \ll K_u$ die "spontane Magnetisierung" $\langle \vec{M} \rangle$ nicht in der yz-Ebene, sondern $\langle \vec{M} \rangle$ wird vom Magnetfeld reversibel um

die x-Achse herumbewegt.

Für das Drehmoment bei kleinen Feldern gilt wieder mit der Bedingung, daß die Probe zunächst in der Richtung der x-Achse gesättigt worden ist,

$$E/V = (K_p + K_M) \gamma^2 - K_u \alpha^2 - H \langle M \rangle (\beta \beta_0 + \gamma \gamma_0). \quad (2.9)$$

Mit der für Richtungskosinus allgemein geltenden Beziehung,

$$\alpha^2 + \beta^2 + \gamma^2 = 1, \quad (2.10)$$

wird daraus,

$$E/V = K_{\text{ges}} \gamma^2 + K_u \beta^2 - H \langle M \rangle (\beta \beta_0 + \gamma \gamma_0). \quad (2.11)$$

Zur Berechnung der Gleichgewichtswinkel muß gelten,

$$\frac{\partial (E/V)}{\partial \beta} = 0 \quad \text{und} \quad \frac{\partial (E/V)}{\partial \gamma} = 0. \quad (2.12)$$

Die sich daraus für β und γ ergebenden Gleichungen haben die Lösungen,

$$\beta_G = \frac{H \langle M \rangle}{2 K_u} \beta_0 \quad \text{mit} \quad \beta_0 = \cos \theta, \quad (2.13)$$

$$\gamma_G = \frac{H \langle M \rangle}{2 K_{\text{ges}}} \gamma_0 \quad \text{mit} \quad \gamma_0 = \sin \theta. \quad (2.14)$$

Zum Nachweis, daß diese Lösungen ein Minimum der Energie ergeben, müssen die gemischten zweiten Ableitungen gebildet werden:

$$\begin{aligned}
 A &= \frac{\partial (E/V)}{\partial \beta^2} = 2 K_u > 0, \\
 B &= \frac{\partial (E/V)}{\partial \beta \partial \gamma} = 0, \\
 C &= \frac{\partial (E/V)}{\partial \gamma^2} = 2 K_{\text{ges}} > 0.
 \end{aligned} \tag{2.15}$$

Bildet man die Determinante,

$$D = \begin{vmatrix} A & B \\ C & D \end{vmatrix} = 4 K_u K_{\text{ges}} > 0, \tag{2.16}$$

so gilt für den Fall, daß $A > 0$ und $D > 0$ ist, daß ein Minimum der untersuchten Funktion vorliegt.

Als sehr wichtiges Ergebnis ist den Bestimmungsgleichungen für β_G und γ_G (2.13) und (2.14) zu entnehmen, daß β_G und γ_G eindeutig durch den Drehwinkel θ bestimmt sind, d.h., in den Torsionsmessungen bei der Drehung um die x-Achse tritt keine Rotationshysterese auf! Das bedeutet, daß in diesem Fall die Magnetisierung vom Magnetfeld reversibel gedreht wird.

Berechnet man aus den Richtungskosinus der Gleichgewichtswinkel β_G und γ_G den dritten α_G mit (2.10), so ergibt sich

$$\alpha_G^2 = 1 - \left(\frac{H \langle M \rangle}{2 K_{\text{ges}}} \right)^2 - \frac{K_{\text{ges}}^2 - K_u^2}{K_{\text{ges}}^2 K_u^2} \cdot \frac{H^2 \langle M \rangle^2}{4} \cdot \beta_O^2 \text{ mit } \beta_O = \cos \theta; \tag{2.17}$$

mit der Annahme $K_u \ll K_{\text{ges}}$ gilt dann für den Kosinus des Winkels α_G^* , den die Magnetisierung mit der leichten Achse bildet,

$$\alpha_G^2 = \cos^2 \alpha_G^* = 1 - \left(\frac{H \langle M \rangle}{2 K_{\text{ges}}} \right)^2 - \left(\frac{H \langle M \rangle}{2 K_u} \right)^2 \cdot \cos^2 \theta . \quad (2.18)$$

Die Fig. 2.2 zeigt die Abhängigkeit des Winkels α_G^* als Funktion des Felddrehwinkels θ ; man kann ihr entnehmen, daß die Magnetisierung zum ersten Mal für $H = \frac{2 K_u}{\langle M \rangle}$ und den Drehwinkel $\theta = 0$ bis in die Drehebene des Feldes gezogen wird. Mit steigendem Magnetfeld im Bereich $\frac{2 K_u}{\langle M \rangle} \leq H < \frac{2 K_{\text{ges}}}{\langle M \rangle}$ bleibt die Magnetisierung $\langle M \rangle$ bis zu immer höheren Drehwinkeln θ in der Felddrehebene; bei Feldern $H \geq \frac{2 K_{\text{ges}}}{\langle M \rangle}$ gilt für alle Winkel θ $\alpha_G^* = 0$, d.h. $\alpha_G^* = 90^\circ$.

Der Winkel γ_G^* , den die Magnetisierung mit der Schichtebene bildet, läßt sich aus seinem Kosinus γ_G berechnen. Für γ_G^* erhält man aus (2.14):

$$\sin \gamma_G^* = \frac{H \langle M \rangle}{2 K_{\text{ges}}} \sin \theta . \quad (2.19)$$

Die Fig. 2.3 zeigt den Winkel γ_G^* als Funktion des Felddrehwinkels θ mit der reduzierten Feldstärke h als Parameter. Der Abbildung ist zu entnehmen, daß für alle Felder $H > 0$ $\gamma_G^* > 0$ gilt.

Setzt man die Gleichgewichtswerte der Richtungskosinus aus (2.13) und (2.14) in (2.9) ein, so erhält man für den vom Felddrehwinkel θ abhängigen Teil der Energiedichte,

$$(E_G/V)(\theta) = - \frac{K_p + K_M}{4 K_u K_{\text{ges}}} H^2 \langle M \rangle^2 \cos^2 \theta . \quad (2.20)$$

Aus (2.20) erhält man für die Torsionsamplitude T_x ,

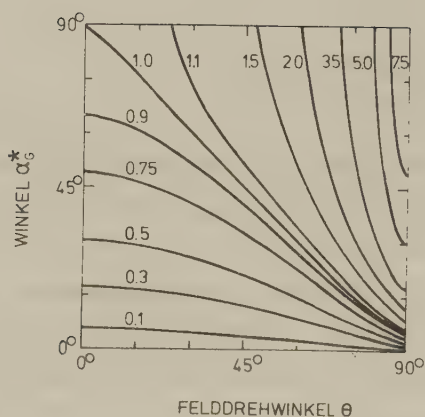


Fig. 2.2: Drehmomentmessung mit Drehung um die x-Achse: Gleichgewichtswinkel, α_G^* , der Magnetisierung $\langle \vec{M} \rangle$ gegen die x-Achse in Abhängigkeit vom Drehwinkel des Magnetfeldes, θ , gegen die y-Achse. Parameter ist die reduzierte Feldstärke $H/H_A = H \langle M \rangle / 2 K_u$. Die Kurven wurden mit der Annahme $K_{ges} = 10 K_u$ gerechnet.

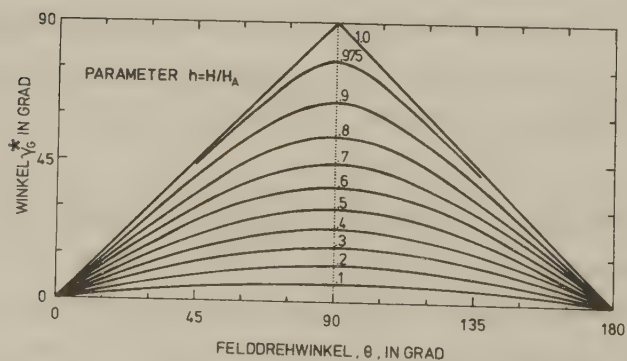


Fig. 2.3: Drehmomentmessung mit Drehung um die x-Achse: Gleichgewichtswinkel γ_G^* , der Magnetisierung $\langle \vec{M} \rangle$ gegen die Schichtebene in Abhängigkeit vom Drehwinkel des Magnetfeldes, θ , gegen die y-Achse. Parameter ist die reduzierte Magnetfeldstärke $h = H/H_A$ mit $H_A = (K_{ges}/2 \langle M \rangle)$.

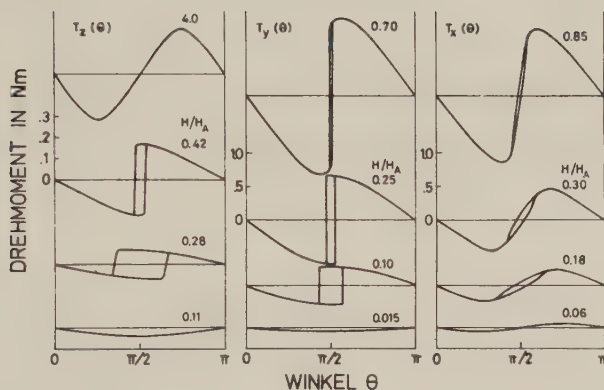


Fig. 2.4: Drehmomentkurven bei Drehung um die x-, y- und z-Achse gemessen an einer $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$ Schicht bei Zimmertemperatur. Parameter ist die reduzierte Feldstärke $H/H_A = H \langle M \rangle / 2 K$ (K ist die in der Feld-drehebene wirksame Anisotropie).

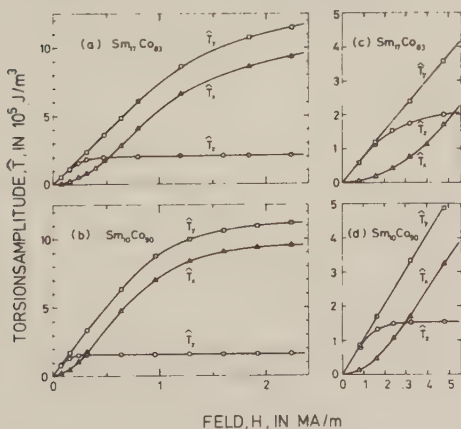


Fig. 2.5: Torsionsamplitude, $\hat{T}(H)$, bei Drehung um die x-, y- und z-Achse gemessen an einer a) $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$, b) $\text{Sm}_{10}\text{Co}_{90}$ Schicht bei Zimmertemperatur. c) und d) sind vergrößerte Ausschnitte für den Bereich kleiner Felder von a) bzw. b).

$$T_x(\theta) = - \partial [E_G(\theta)/V] / \partial \theta , \quad (2.21)$$

$$T_x(\theta) = - \frac{K_p + K_M}{4 K_u K_{ges}} H^2 \langle M \rangle^2 \sin 2 \theta . \quad (2.22)$$

Mit der Annahme $K_u \ll K_{ges}$ wird daraus

$$T_x(\theta) = - \frac{H^2 \langle M \rangle^2}{4 K_u} \sin 2 \theta . \quad (2.23)$$

Für Magnetfelder $H > 2 K_{ges} / \langle M \rangle$ ändert sich die Ausgangsgleichung für die Energie insofern, als $\alpha = 0$ wird (wie oben gezeigt). Durch einen entsprechenden Rechengang erhält man dann für die Torsionsamplitude T_x ,

$$T_x = - (K_p + K_M) \sin 2 \theta . \quad (2.24)$$

Es ergibt sich im Rahmen dieser Rechnung also für alle Feldstärken bei einer Drehmomentmessung um die x-Achse ein $\sin(2\theta)$ -Verlauf der Torsionsamplitude mit dem Felddrehwinkel.

2.2.2. Meßkurven

Die Fig. 2.4 zeigt Drehmomentkurven $T(H, \theta)$, die an einer amorphen $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$ Schicht bei Drehung um die x-, y- und z-Achse gemessen wurden. Als Parameter wird die reduzierte Feldstärke $H \langle M \rangle / 2 K = H/H_A$ benutzt, wobei K die in der Drehebene des Magnetfeldes $\vec{H}$ wirksame Anisotropie und $H_A = 2 K / \langle M \rangle$ die zugehörige Anisotropiefeldstärke ist. Fig. 2.4 ist typisch für alle untersuchten Schichten.

In Fig. 2.5a,b sind die Torsionsamplituden $\hat{T}_x$, $\hat{T}_y$ und $\hat{T}_z$ als Funktion des Feldes H für zwei Proben mit verschiedener Zusammensetzung, $x = 83$ (die selbe Probe wie in Fig. 2.4) und $x = 90$, aufgetragen. Der Verlauf dieser Kurven für kleine Felder wird in Fig. 2.5c,d vergrößert dargestellt. Die dargestellten Kurvenläufe sind typisch für alle untersuchten Schichten.

Den Fig. 2.4 und 2.5 ist zu entnehmen, daß die experimentellen Ergebnisse vollständig mit den Rechnungen des vorigen Kapitels 2.2.1. übereinstimmen:

Bei kleinen Feldern H haben die Kurven $T_y(\theta)$ und $T_z(\theta) \sin\theta$ -Charakter, entsprechend (2.7) bzw. (2.3), während $T_x(\theta)$ eine Funktion mit $\sin 2\theta$ -Verhalten ist, entsprechend (2.8). Außerdem sind die Kurven $\hat{T}_y(H)/V$ und $\hat{T}_z(H)/V$ für kleine Felder linear in H und haben die gleiche Steigung $\partial(\hat{T}/V)/\partial H|_{H \rightarrow 0} = \langle M \rangle$, entsprechend (2.3), (2.4) und (2.7), während $\hat{T}_x(H)/V$ quadratisch mit dem Magnetfeld H geht, entsprechend (2.23).

Bei hohen Feldern H haben alle Kurven $T(\theta) \sin 2\theta$ -Charakter und die Torsionsamplitude $\hat{T}(H)/V$ wird konstant. Der Sättigungswert der Torsionsamplitude ist $\hat{T}_s/V \equiv \hat{T}(\infty)/V = K$, entsprechend (2.6), (2.8) und (2.24), wobei K wieder die in der Drehebene des Feldes wirksame Anisotropie ist. In Fig. 2.5a sieht man, daß die Sättigung von $\hat{T}_x(H)/V$ und $\hat{T}_y(H)/V$ mit den zur Verfügung stehenden Magnetfeldern $H \leq 2,4 \text{ M A/m}$ nicht erreicht wird, da in diesem Fall die Bedingung $H \langle M \rangle \gg K$ bei $K \approx 10^6 \text{ J/m}^3$ nicht erfüllt ist. Dann erhält man $\hat{T}_s/V = K$

durch eine Extrapolation nach der Gleichung

$$\hat{T}(H)/V = \hat{T}_S/V(1 - \frac{C}{H}) = K(1 - \frac{C}{H}), \quad (2.25)$$

die den Verlauf der Meßkurven für Felder $H > 1,2 \text{ MA/m}$ beschreibt; dabei ist $C \approx \hat{T}_S/4 \text{ V} \langle M \rangle = K/4 \langle M \rangle$. Für

$\hat{T}_Y(H)/V$ und $\hat{T}_X(H)/V$ ist $K = K_U + K_M + K_P$ bzw. $K = K_M + K_P$, entsprechend (2.8) und (2.24).

Die "spontane Magnetisierung" $\langle M \rangle$ läßt sich aus Drehmomentmessungen aus der Anfangssteigung der Kurven $\hat{T}_Z(H)$ oder $\hat{T}_Y(H)$ bestimmen, da in beiden Fällen $\partial(\hat{T}/V)/\partial H|_{H \rightarrow 0} = \langle M \rangle$ ist, wie (2.3), (2.4) oder (2.7) entnommen werden kann. Alle in der vorliegenden Arbeit angegebenen Werte für $\langle M \rangle$ sind auf diese Weise ermittelt worden. Bei bekanntem $\langle M \rangle$ läßt sich die Formanisotropie, K_M , nach der Beziehung $K_M = 2\pi \langle M \rangle^2$ berechnen. Die induzierte Anisotropie, K_U , ist gleich dem Sättigungswert der maximalen Amplitude der Torsionsdichte bei Drehung um die z-Achse, $\hat{T}_{ZS}/V = K_U$, entsprechend (2.6). Sind K_U und K_M bekannt, läßt sich die planare Anisotropie, K_P , aus $\hat{T}_{XS}/V = K_P + K_M$ (2.24) oder $\hat{T}_{YS}/V = K_P + K_M + K_U$ (2.8) bestimmen.

Die Selbstkonsistenz der Ergebnisse kann auf verschiedene Weise überprüft werden. Z.B. muß die Differenz $\hat{T}_{YS}/V - \hat{T}_{XS}/V$ identisch mit $\hat{T}_{ZS}/V = K_U$ sein. Oder, wenn $\langle M \rangle$ und K_U nach dem obigen Verfahren bestimmt worden sind, kann $\hat{T}_X(H)/V$ bei kleinen Feldern nach (2.23), $\hat{T}_X(H)/V = H^2 \langle M \rangle^2 / 4 K_U$, berechnet und mit der Meßkurve verglichen werden. Der Fig. (2.5)

kann man entnehmen, daß beide Prüfungskriterien von den Meßkurven erfüllt werden.

Abweichungen der Lage von der den Rechnungen zu Grunde gelegten Lage der Probe im Magnetfeld beeinflussen die Bestimmung der Anisotropiekonstanten K_u , K_p und K_M durch eine Änderung der Torsionsamplituden. Eine Fehljustierung der Probe im Feld liegt vor, wenn die Schichtebene um einen Winkel ϵ und/oder die leichte Achse der induzierten Anisotropie um einen Winkel δ gegen die - durch die Symmetrie des Problems bestimmte - Ideallage geneigt sind. Die Torsionsamplituden $\hat{T}_x(H)/V$, $\hat{T}_y(H)/V$ und $\hat{T}_z(H)/V$ werden dadurch im Grenzfall hoher Felder um einen Betrag $\Delta\hat{T}_x/V$, $\Delta\hat{T}_y/V$ bzw. $\Delta\hat{T}_z/V$ geändert. Man berechnet dafür

$$\Delta\hat{T}_x/V = \hat{T}_x^*/V - \hat{T}_x/V = K_u \sin|\delta| - (K_p + K_M) (1 - \cos \epsilon) \quad (2.26)$$

$$\Delta\hat{T}_y/V = \hat{T}_y^*/V - \hat{T}_y/V = - \{ K_u (1 - \cos \delta) + (K_p + K_M) (1 - \cos \epsilon) \} \quad (2.27)$$

$$\Delta\hat{T}_z/V = \hat{T}_z^*/V - \hat{T}_z/V = (K_p + K_M) \sin|\epsilon| \quad (2.28)$$

wobei die mit einem Stern versehenen Größen die durch die Fehljustierung beeinflussten Amplituden der Torsionsdichte sind.

Mit für amorphe $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$ Schichten typische Werte $K_u = 1,8 \cdot 10^5 \text{ J/m}^3$, $(K_M + K_p) = 12,2 \cdot 10^5 \text{ J/m}^3$ und der Annahme, daß $\epsilon \leq 2^\circ$ und $\delta \leq 5^\circ$ ist, erhält man

$$\Delta\hat{T}_x/V \leq + 1,5 \cdot 10^4 \text{ J/m}^3 \quad \frac{\Delta\hat{T}_x}{\hat{T}_x} \leq + 1,2 \cdot 10^{-2}$$

$$\Delta \hat{T}_Y / V \leq -6,8 \cdot 10^2 \text{ J/m}^3$$

$$\frac{\Delta \hat{T}_Y}{\hat{T}_Y} \leq -4,5 \cdot 10^{-4}$$

$$\Delta \hat{T}_Z / V \leq +4,3 \cdot 10^4 \text{ J/m}^3$$

$$\frac{\Delta \hat{T}_Z}{\hat{T}_Z} \leq +2,3 \cdot 10^{-1}$$

Anhand dieses Beispiels sieht man, daß im Falle der Drehung um die z-Achse Justierfehler einen großen Einfluß haben. Dagegen sind für eine Messung mit Drehung des Feldes um die x- oder y-Achse Justierfehler so gut wie vernachlässigbar.

3. Primäre magnetische Eigenschaften

3.1. Meßgrößen

Im folgenden werden die primären Eigenschaften Anisotropie und remanente Magnetisierung diskutiert. Alle Meßwerte dieser Größen werden aus Drehmomentmessungen wie im vorigen Kapitel beschrieben ermittelt. Die Curie Temperatur, T_C , kann an den aufgedampften Schichten nicht gemessen werden, da die Kristallisation des amorphen Materials bei Temperaturen $T < T_C$ stattfindet.

Die planare Anisotropie, K_p , wird durch eine lokale uniaxiale Anisotropie, K_{lok} , hervorgerufen, deren leichte Achsen bei allen Konzentrationen x eine (nahezu) gleichmäßige Winkelverteilung um die z -Achse herum haben; die Winkelverteilung ist sehr wahrscheinlich eher räumlich als planar, z.B. in Form eines abgeflachten Rotationsellipsoides oder einfacher als Kugelhügelverteilung entsprechend Fig. 3.1 anzunehmen. Die Magnetisierung $\langle M \rangle$ ergibt sich als Sättigungsremanenz in der Schichtebene (xy -Ebene): Wird die Probe zunächst parallel zur Schichtebene und zur x -Achse bis zur Sättigung magnetisiert, so bildet die lokale spontane Magnetisierung $\vec{M}_{1s}$ nach dem Abschalten des äußeren Magnetfeldes unter dem Einfluß der lokalen Anisotropie- und Austauschfelder einen (Gleichgewichts-) Winkel ψ mit der vorherigen Richtung bei Sättigung. Dann ist $\langle M \rangle = M_{1s} \langle \cos \psi \rangle$. Wäre $K_u = 0$, so wäre $\langle \vec{M} \rangle$ in der Schichtebene quasistatisch frei drehbar und könnte bei relativ kleinen Feldern in jeder Richtung der Schichtebene gemessen wer-

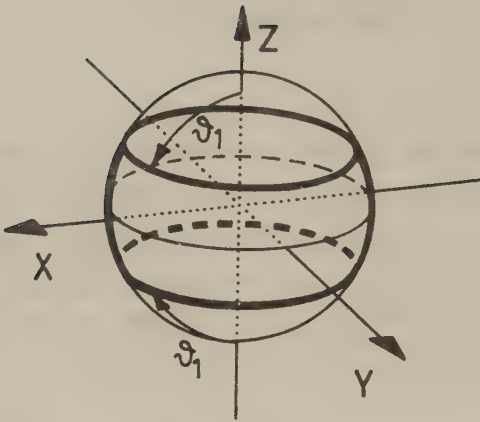


Fig. 3.1: Kugelgürtelverteilung der leichten Achsen der lokalen Anisotropie, K_{lok} .

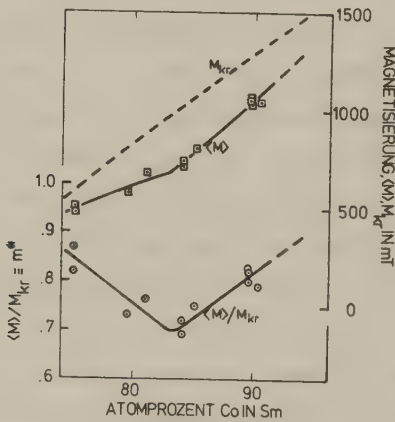


Fig. 3.2: Sättigungsmagnetisierung, M_{Kr} , kristalliner Sm-Co Legierungen und Sättigungsremanenz, $\langle M \rangle$, amorpher Sm-Co Schichten als Funktion der Zusammensetzung bei Zimmertemperatur; daraus berechnet $m^* \equiv \langle M \rangle / M_{Kr}$ aufgetragen gegen die Zusammensetzung.

den. Da aber $K_u \neq 0$ und außerdem $K_{\text{lok}} \gg K_u$ anzunehmen ist, kann $\langle M \rangle$ praktisch als Sättigungsremanenz M_{Rx} entlang der leichten Achse der induzierten Anisotropie, K_u , (d.h. entlang der x-Achse) gemessen werden, $\langle M \rangle \approx M_{\text{Rx}}$. Außerdem stellt sich heraus, daß der Anstieg ΔM der Magnetisierung über $\langle M \rangle \approx M_{\text{Rx}}$ hinaus in Feldern bis 2,4 M A/m in allen Richtungen relativ gering ist; d.h., die Suszeptibilität des Materials ist klein ($10^{-3} \leq \chi_d \leq 10^{-2}$, vgl. Kap. 4.3.). Damit spielt $\langle M \rangle$ im gesamten hier betrachteten Feldbereich die Rolle der spontanen Magnetisierung.

Die lokale spontane Magnetisierung des amorphen Materials M_{ls} und damit $\langle \cos \psi \rangle$ konnte nicht direkt gemessen werden, da die zur Verfügung stehenden Felder von maximal 2,4 MA/m zur Sättigung der Probe nicht ausreichten. Zur Abschätzung der Größe $\langle \cos \psi \rangle$ wird angenommen, daß die lokale spontane Magnetisierung M_{ls} ungefähr gleich der spontanen Magnetisierung des kristallinen Materials, M_{Kr} , gleicher Zusammensetzung ist. Damit wird dann

$$\langle \cos \psi \rangle \equiv m = \langle M \rangle / M_{\text{ls}} \approx M_{\text{Rx}} / M_{\text{Kr}} \equiv m^* . \quad (3.1)$$

m^* kann im Experiment ermittelt werden.

3.2 Remanente Magnetisierung $\langle M \rangle$

Die Fig. 3.2 zeigt die aus - bei Zimmertemperatur - gemessenen Drehmomentkurven ermittelten Werte von $\langle M \rangle$ und $m^* = \langle M \rangle / M_{\text{Kr}}$

als Funktion der Konzentration x . Außerdem ist die spontane Magnetisierung des kristallinen Materials $M_{Kr}(x)$ in das selbe Bild eingezeichnet. Die gemessenen Werte für m^* liegen zwischen 0,7 und 0,9 und die Kurve $m^*(x)$ hat ein Minimum bei $x = 83$ ($Sm Co_5$), wo im kristallinen Material die Kristallanisotropieenergie maximal ist.

Bei tiefen Temperaturen $T < 250$ K ändert sich die remanente Magnetisierung $\langle M \rangle$ mit der Temperatur wie

$$\langle M \rangle(T) = \langle M \rangle(0) (1 - BT^{3/2}) ; \quad (3.2)$$

die Koeffizienten sind für

$$\begin{aligned} x = 70: \quad \langle M \rangle(0) &= 0,34 \text{ T}, & B &= 2,9 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-3/2} , \\ x = 83: \quad \langle M \rangle(0) &= 0,78 \text{ T}, & B &= 1,4 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-3/2} , \\ x = 90: \quad \langle M \rangle(0) &= 1,08 \text{ T}, & B &= 0,54 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-3/2} . \end{aligned}$$

Der bei Zimmertemperatur gemessene Wert für $x = 83$ von $\langle M \rangle = 0,755$ T stimmt gut mit in der Literatur für gleiche Temperatur und Zusammensetzung angegebenen Werten überein: Gronau et al. /10/ 0,815 T; Zhang et al. / 8 / 0,779 T - 0,833 T; Tanaka et al. /13/ 0,680 T.

3.3 Induzierte uniaxiale Anisotropie, K_u

Die induzierte uniaxiale Anisotropie, K_u , wurde nach zwei von einander unabhängigen Methoden bestimmt: a) Messung der Dreh-

momentkurve $T_z(H, \theta)$ und Auswertung entsprechend Kap. 2.2.2. ergibt K_u . b) Durch Messung der quasistatischen Wechselfeldhysterese im PVM parallel und senkrecht zur induzierten leichten Achse ergibt sich die Anisotropiefeldstärke H_A . Benutzt man die aus den selben Kurven bei $H = 1,3 \text{ MA/m}$ entnommene Magnetisierung als "Sättigungsmagnetisierung", M_S^* , so erhält man mit der Gleichung $K_u = 1/2 M_S^* H_A$ einen Wert für K_u , der mit dem aus Torsionsmessungen entnommenen Wert im Rahmen der Meßfehler beider Verfahren übereinstimmt.

Fig. 3.3 zeigt den aus Torsionsmessungen bei $T = 300 \text{ K}$ ermittelten Verlauf der induzierten Anisotropie mit der Zusammensetzung, $K_u = K_u(x)$. Die Meßwerte sind mit den von Gronau und Methfessel / 9 / angegebenen vergleichbar. Die Streuung der Meßwerte ist durch die bereits diskutierten Meßfehler und die Reproduzierbarkeit von K_u bedingt.

Die Abhängigkeit $K_u(x)$ ist in keiner Weise quadratisch und somit sicher nicht auf einen Paarbildungsmechanismus zurückzuführen /24/. Mit abnehmendem x nimmt $K_u(x)$ bis zum Maximum bei $x = 83 \text{ (Sm Co}_5\text{)}$ linear zu und danach bis $x = 66,7 \text{ (Sm Co}_2\text{)}$ linear ab; Sm Co_2 ist bei $T = 300 \text{ K}$ nicht ferromagnetisch. Dieses Verhalten kann wie folgt verstanden werden:

Kristallines Sm Co_5 ist eine Verbindung mit hohem Schmelzpunkt und damit ziemlich großer Stabilität. Sm Co_5 kristallisiert in der Ca Cu_5 -Struktur, die die weitaus einfachste der stabilen Strukturen im Konzentrationsbereich zwischen Sm Co_2 und Co ist; außerdem ist die Ca Cu_5 -Struktur ein grundlegendes Element

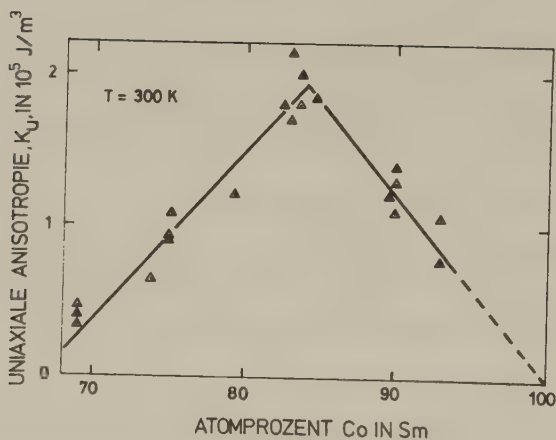


Fig. 3.3: Induzierte Anisotropie, K_u , amorpher Sm-Co Schichten als Funktion der Zusammensetzung, gemessen bei $T = 300 \text{ K}$.

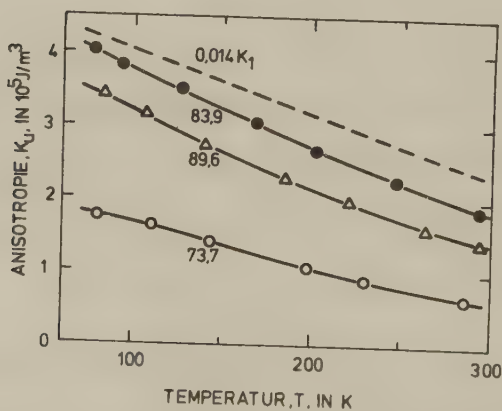


Fig. 3.4: Temperaturabhängigkeit von $0.014 K_1$ von kristallinem SmCo_5 /22/ und von amorphen Schichten mit Kobaltkonzentrationen $x = 73,7$, $x = 83,9$, $x = 89,6$.

aller in diesem Zusammensetzungsbereich auftretenden stabilen Strukturen /25,26/. Darum kann man erwarten, daß amorphe Sm Co_5 Schichten Ca Cu_5 -Typ Nahordnungskomplexe enthalten, die die lokale uniaxiale Anisotropie, K_{lok} , und damit auch K_u mit sich bringen. Eine Abschätzung zeigt, daß es bei einer lokalen Anisotropie der Größenordnung 10^7 J/m^3 , wie sie an kristallinem Sm Co_5 gemessen wird, genügt, nur etwa 1 % der Sm Co_5 -Nahordnungskomplexe (beim Aufdampfen im Magnetfeld) auszurichten, um die bei $x = 83$ an den aufgedampften Schichten gemessenen Werte von $K_u \approx 2 \cdot 10^5 \text{ J/m}^3$ zu erhalten. Bei von $x = 83$ abweichenden Kobaltgehalten tritt anscheinend eine einfache Verdünnung durch Sm Co_2 - bzw. Co -Typ Nahordnungskomplexe ein; das führt dann zur linearen Abnahme von $K_u(x)$ auf beiden Seiten von $x = 83$. Daß diese Überlegungen vernünftig sind, zeigt der Vergleich der in Fig. 3.4 für $x = 83,9$ ($\text{Sm Co}_{5,2}$) dargestellten Abhängigkeit der induzierten Anisotropie, K_u , von der Temperatur mit der ebenfalls eingezeichneten Temperaturabhängigkeit der Kristallanisotropiekonstanten, K_1 , von kristallinem Sm Co_5 : Die Abhängigkeit $K_u(T)$ von amorphem $\text{Sm Co}_{5,2}$ ist etwas stärker als die von $K_1(T)$ /27/ vom kristallinen Material gleicher Zusammensetzung. Im amorphen Material ist die Austauschenergie geringer als im kristallinen Material gleicher Zusammensetzung. Das führt zu einer stärkeren Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung (vgl. S. 40) und damit nach den Rechnungen von Zener /28/ und Carr /29/ zu einer stärkeren Temperaturabhängigkeit der Anisotropieenergie des amorphen Materials.

Zum weiteren Vergleich ist in Fig. 3.4 die Temperaturabhängigkeit von K_u für die Schichten mit $x = 89,6$ ($\text{Sm}_2 \text{ Co}_{17}$) und $x = 73,7$ ($\text{Sm Co}_{2,8}$) eingezeichnet.

3.4. Planare Anisotropie, K_p

Die planare Anisotropie, K_p , erhält man wie in Kap. 2.2.2. beschrieben aus Drehmomentkurven bei Drehung um die x-Achse oder y-Achse. In Fig. 3.5 wird die Konzentrationsabhängigkeit von K_p zusammen mit der von K_{ges} , K_M und K_u dargestellt. Man sieht, daß K_p in gleicher Weise von der Zusammensetzung abhängt wie K_u , wie es nach der oben vorgeschlagenen Erklärung für das Zustandekommen von K_u auch zu erwarten ist.

Auf jeden Fall ist $K_{lok} > K_p$. Man errechnet für eine räumliche (Kugelgürtel-) Verteilung (vgl. Fig. 3.1) der leichten Achsen $K_{lok} = 2 K_p / (1 - \cos^2 \vartheta_1)$. Den Verlauf der Abhängigkeit $K_p / K_{lok}(\vartheta_1)$ zeigt Fig. 3.6. Man entnimmt Fig. 3.6, daß bei einer lokalen Anisotropie der Größenordnung 10^7 J/m^3 , wie sie an kristallinem Sm Co_5 gemessen wird /27,30/, schon ein Winkel ϑ_1 im Bereich $10^\circ \leq \vartheta_1 \leq 20^\circ$ genügt, um die an aufgedampften Schichten mit $x = 83$ gemessene planare Anisotropie der Größe $K_p = 10^6 \text{ J/m}^3$ zu erhalten.

3.5. Diskussion

Auf der Basis ähnlicher Überlegungen, wie sie in Kap. 3.1. bei der Definition der Meßgrößen durchgeführt wurden, wird in der Literatur unter dem Namen "random anisotropy" Modell seit einigen Jahren versucht, die magnetischen Eigenschaften amorpher Ferromagnetika zu beschreiben /31-33/. Besonders die Ar-

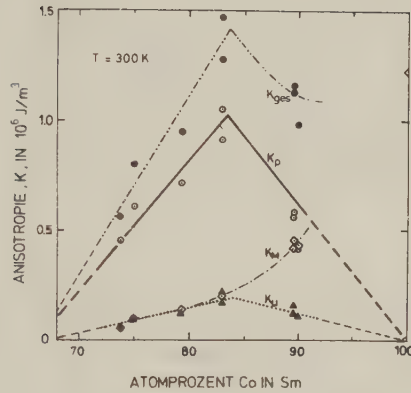


Fig. 3.5: Konzentrationsabhängigkeit bei $T = 300 \text{ K}$ der Gesamtanisotropie $K_{\text{ges}} = K_p + K_M + K_u \hat{=} \hat{T}_{\text{ys}}/V(\bullet\bullet\bullet)$, der planaren Anisotropie $K_p = K_{\text{ges}} - K_M - K_u (\circ\circ\circ)$, der Formanisotropie $K_M = 2\pi \langle M \rangle^2 (\diamond\diamond)$ und der induzierten Anisotropie $K_u \hat{=} \hat{T}_{\text{zs}}/V(\triangle\triangle)$.

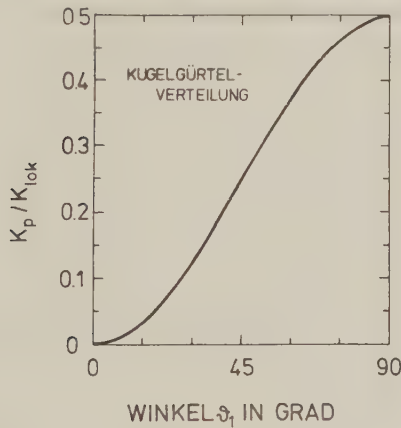


Fig. 3.6: Kugelgürtelverteilung: Berechnetes Verhältnis K_p/K_{lok} als Funktion des Winkels φ_1 (vgl. Fig. 3.1).

beiten von Chi und Alben /32/ und Callen et al. /33/ können hier zum Vergleich herangezogen werden. Beide Autorengruppen berechnen unter Annahme einer einheitlichen Austauschenergie und einer räumlich isotropen Verteilung der leichten Achsen einer für die ganze Probe einheitlichen lokalen Anisotropie die Remanenz, Koerzitivkraft und Hysteresekurve von amorphen Materialien bei $T = 0 \text{ K}$.

Fig. 3.7 zeigt die von Callen et al. im Rahmen einer Molekularfeldnäherung berechneten Abhängigkeit der mit der Sättigungsmagnetisierung reduzierten Remanenz, m , zum Verhältnis $d = E_K/E_A$ ($E_K \equiv$ Anisotropieenergie, $E_A \equiv$ Austauschenergie) für den Fall der räumlich isotropen Verteilung der leichten Achse zusammen mit dem Ergebnis einer entsprechend durchgeführten Rechnung für den Fall der ebenen isotropen Verteilung /34/. Für beide Verteilungen ist im Grenzfall $d \rightarrow 0$ die Remanenz gleich der lokalen Sättigungsmagnetisierung $m_R = M_{1s}$. Im Grenzfall $d \rightarrow \infty$ berechnet man für die räumliche Verteilung $m_R = 0,5 M_{1s}$, für die ebene Verteilung $m_R = (2/\pi)M_{1s} \approx 0,64 M_{1s}$. Für die gemessenen Werte $0,9 \leq m^* \leq 0,7$ entnimmt man aus Fig. 3.7 für den Fall einer räumlich isotropen Verteilung $0,6 \leq d \leq 1$, für den Fall einer ebenen isotropen Verteilung $0,7 \leq d \leq 2$. Da die Verteilung der leichten Achsen wahrscheinlich mehr räumlich als eben anzunehmen ist (vgl. Kap. 3.4.), liegen die gemessenen Werte von m^* wohl in der Nähe der von Callen et al. berechneten Kurve.

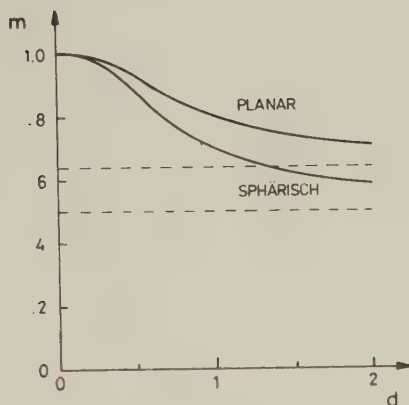


Fig. 3.7: Im Rahmen des "random anisotropy" Konzepts für $T = 0$ K berechnete Abhängigkeit der mit der lokalen spontanen Magnetisierung reduzierten Remanenz, m , von der mit der Austauschenergie reduzierten Anisotropieenergie, d , für den Fall der sphärischen isotropen /33/ und den Fall der planaren isotropen /34/ Richtungsverteilung der lokalen Anisotropie.

Die von Callen et al. im Rahmen des "random anisotropy" Modells durchgeführten Rechnungen zeigen, daß erst ab $d = 0,6$ eine Magnetisierungshysterese im amorphen Material auftritt. Das für $d \approx 1$ berechnete Koerzitivfeld hat die Größenordnung des Austauschfeldes im Material, und ist somit wesentlich größer als die an den Proben gemessenen Koerzitivfelder; daraus kann man schließen, daß die an den aufgedampften Schichten gemessenen Hysteresekurven einen anderen Ursprung haben als die von Callen et al. berechneten. Jedoch ist die Existenz der im Rahmen des "random anisotropy" Modells berechneten Hysterese für die Existenz jeder - durch einen beliebigen anderen Mechanismus im amorphen Material hervorgerufenen - Hysterese notwendig: Für $d < 0,6$ gibt es nämlich keine stabile Magnetisierung; die Magnetisierung $\langle M \rangle$ würde nach einer Sättigung der Probe schon durch beliebig kleine Magnetfelder entgegengesetzter Richtung umgekehrt.

An Materialien mit räumlich isotroper Verteilung der leichten Achsen der (lokalen) Anisotropie ist in dem Feldbereich, in dem eine quasistatische Wechselfeldhysterese auftritt, bei der Messung von Drehmomentkurven ein vom Drehwinkel θ unabhängiges, konstantes Drehmoment zu beobachten /35/. Die Tatsache, daß ein solches konstantes Drehmoment an den aufgedampften Schichten nicht gemessen wird (vgl. Fig. 2.4), zeigt, daß die Hystereseeigenschaften der $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten nicht durch die Verteilung der leichten Achsen der lokalen Anisotropie, sondern durch die makroskopischen Anisotropien, K_u

und K_p , bestimmt werden. Nur die Magnetisierung $\langle M \rangle$ entsteht in mikroskopischen Bereichen der Proben nach dem von Callen et al. berechneten Mechanismus.

4. Quasistatische Hystereseigenschaften

4.1. Wechselfeldhysterese in der Schichtebene

An amorphen Proben des gesamten Zusammensetzungsbereiches $70 \leq x \leq 90$ wird in der Schichtebene mit dem PVM bei Feldfrequenzen von etwa 10^{-2} Hz bis 10^{-3} Hz und bei Temperaturen im Bereich $4,2 \text{ K} \leq T \leq 300 \text{ K}$ eine Wechselfeldhysterese $M = M(H)$, beobachtet. Eine für alle Proben bei $T = 300 \text{ K}$ typische Form der Hystereseschleife zeigt Fig. 4.1:

Parallel zur leichten Achse der induzierten Anisotropie haben Proben aller Zusammensetzungen eine rechteckförmige Hystereseschleife $M(H_x)$; senkrecht zur leichten Achse sind die Magnetisierungskurven $M(H_y)$ beinahe linear und geschlossen (vgl. Grounau u. Methfessel / 9-11/). Die aus den $M(H_x)$ -Kurven entnommenen Werte für remanente Magnetisierung, $\langle M \rangle_{R_x}$, stimmen im Rahmen der Meßfehler mit den aus Torsionsmessungen bestimmten Werten von $\langle M \rangle$ überein.

Die Steigung der Magnetisierungskurve bei $M^{H_{cx}}$ ist sehr groß, aber endlich. Die große Steigung bei $M^{H_{cx}}$ entspricht nicht der von Callen et al. /33/ berechneten Instabilität des Gesamtsystems; an den hier vorliegenden $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten kann jeder Magnetisierungszustand zwischen $+\langle M \rangle$ und $-\langle M \rangle$ metastabil eingestellt werden, wie es in Fig. 4.1 dargestellt ist. Die Feldstärke H_x^* , bei der die Steigung der inneren Hysteresekurve auf sehr große Werte ansteigt, ist immer kleiner als die Koerzitivfeldstärke, H_{cx} , der äußeren Hysteresekurve.

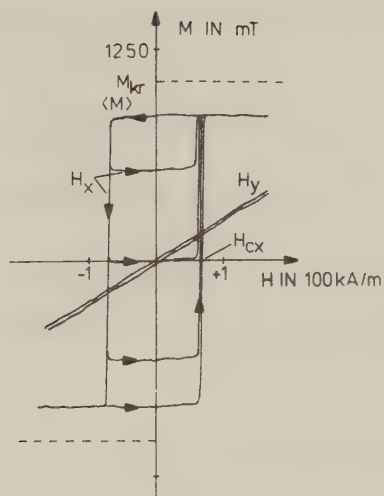


Fig. 4.1: An einer amorphen $\text{Sm}_{16}\text{Co}_{84}$ Schicht mit Magnetfeld parallel (H_x) und senkrecht (H_y) zur leichten Achse in der Schichtebene quasistatisch gemessene Hysteresekurve.

Die Differenz $\Delta H_x = H_{cx} - H_x^*$ ist um so kleiner, je weiter die Ummagnetisierung vor dem Eintritt in die innere Schleife fortgeschritten ist. ΔH_x ist auf magnetostatische Effekte, d.h., auf den Einfluß entmagnetisierender Felder zurückzuführen.

Bei der Messung von Hysteresekurven im Temperaturbereich $4,2 \text{ K} \leq T \leq 300 \text{ K}$ stellt sich heraus, daß die Rechteckform der $M(H_x)$ -Kurven für Proben mit $x > 80$ bis $T = 4,2 \text{ K}$ erhalten bleibt. Für Proben mit $x < 80$ bleibt die Hystereseschleife nur bis etwa $T = 200 \text{ K}$ rechteckig, danach wird die $M(H_x)$ -Kurve zunehmend runder und ihre Steigung bei $H = H_{cx}$ wird deutlich geringer. Die Möglichkeit, innere Hystereseschleifen wie oben beschrieben zu durchfahren, bleibt bei allen Temperaturen $T < 300 \text{ K}$ erhalten.

4.2. Koerzitivfeldstärke, H_c

Alle im folgenden diskutierten Koerzitivfeldstärken wurden $M(H)$ -Kurven entnommen, d.h. $H_c \equiv M H_c$. Generell wurden Koerzitivfelder in der Schichtebene mit konstanter Feldänderungsgeschwindigkeit $\dot{H} = dH/dt = 350 \text{ A/ms}$ im PVM gemessen.

Die an den Schichten gemessenen Werte von H_c hängen von der Orientierung des Magnetfeldes zur leichten Achse ab. Diese Abhängigkeit ist in Fig. 4.2 am Beispiel einer $\text{Sm}_{15,4}\text{Co}_{84,6}$ -Schicht dargestellt; dabei ist θ der Winkel zwischen Magnet-

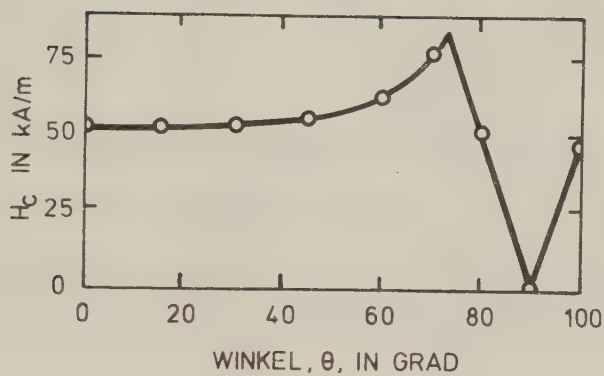


Fig. 4.2: An einer amorphen $\text{Sm}_{15,4}\text{Co}_{84,6}$ Schicht in der Schichtebene gemessene Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke H_C vom Winkel θ zwischen Feldachse und leichter Achse.

feldachse und leichter Achse. Die Form dieser Kurve erinnert an den von Shtrikman und Treves /36/ für "curling" berechneten Verlauf von $H_c = f(\theta)$. Entsprechend wird vermutet, daß in dem dargestellten Beispiel die Koerzitivfeldstärke bis zu einem Winkel $\theta = 73^\circ$ durch einen inkohärenten Ummagnetisierungsprozess, für Winkel $\theta > 73^\circ$ durch homogene Rotation der Magnetisierung bestimmt wird.

Da nach Shtrikman und Treves die Koerzitivfeldstärke für $\theta = 0$ entweder ein relatives Minimum oder ein relatives Maximum der Funktion $H_c = f(\theta)$ sein kann, wurde zur Bestimmung der leichten Richtung einer Probe zunächst die Probe so durch drehen im Feld justiert, daß die Magnetisierungskurve möglichst linear und geschlossen war, also der Magnetisierungskurve senkrecht zur leichten Achse der induzierten Anisotropie entsprach (Fig. 4.1). Danach konnte nach einer Drehung der Probe um 90° die Hysteresekurve parallel zur leichten Achse, d.h. für $\theta = 0$ gemessen werden.

Die Fig. 4.3 zeigt die Koerzitivfeldstärke H_{cx} als Funktion der Zusammensetzung der aufgedampften Schicht bei Zimmertemperatur. Die Größe und die Konzentrationsabhängigkeit von H_{cx} sind mit Literaturangaben / 4,12/ verträglich. Fig. 4.3 kann man entnehmen, daß die Reproduzierbarkeit der Meßwerte für $x > 80$ wesentlich besser ist als für $x < 80$. Die für $x < 80$ auftretende Streuung läßt sich auf eine Abnahme der thermischen Stabilität des amorphen Zustandes mit zunehmendem Samariumgehalt zurückführen: Messungen haben nämlich gezeigt, daß die

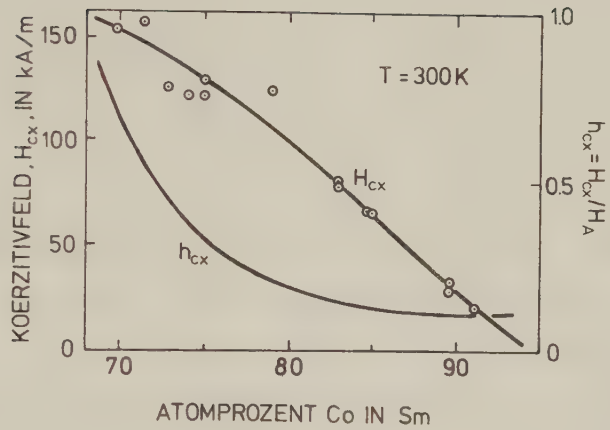


Fig. 4.3: Koerzitivfeld, H_{Cx} , und reduziertes Koerzitivfeld, h_{Cx} , amorpher $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ -Schichten als Funktion der Zusammensetzung bei $T = 300\text{ K}$.

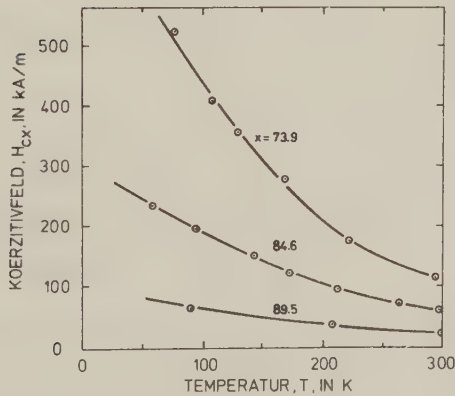


Fig. 4.4: Koerzitivfeld, H_{Cx} , von amorphen $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ - Schichten als Funktion der Temperatur. Parameter ist die Konzentration x .

Proben nach einer Wärmebehandlung bei 370 K während 30 Minuten unter Schutzgas (Argon) nach wie vor amorph sind; jedoch hat sich die Koerzitivfeldstärke von Schichten mit $x < 80$ durch diese Behandlung um bis zu 40 % erniedrigt, während die Koerzitivfeldstärke von Proben mit $x > 80$ sich durch die gleiche Behandlung nicht meßbar veränderte. Es kann nicht ausgeschlossen werden, daß die Proben, obwohl sie durch einen standardisierten Aufdampfvorgang hergestellt wurden, etwas verschiedenen Temperaturen ausgesetzt waren.

In Fig. 4.3 ist neben $H_{cx}(x)$ die für $T = 300$ K ermittelte Abhängigkeit des reduzierten Koerzitivfeldes $h_{cx} = H_{cx}/H_A$ (mit Anisotropiefeld $H_A = 2 K_u / \langle M \rangle$) von der Zusammensetzung eingetragen. Die Kurve wurde aus Werten der Ausgleichskurven $\langle M \rangle(x)$ (Fig. 3.2), $K_u(x)$ (Fig. 3.3) und $H_{cx}(x)$ (Fig. 4.3) berechnet. Der Verlauf zeigt, daß die Koerzitivfeldstärke, H_{cx} , der aufgedampften Schichten generell kleiner als die Anisotropiefeldstärke, H_A , ist; das bedeutet, daß sich in Schichten aller Zusammensetzungen die Magnetisierung bei $H_x = H_{cx}$ durch einen inhomogenen Vorgang von $+\langle M \rangle$ nach $-\langle M \rangle$ ändert. Da h_{cx} für abnehmendes x offenbar gegen eins strebt, scheint sich jedoch der die Größe der Koerzitivfeldstärke bestimmende Prozess mit abnehmendem x in Richtung auf homogene Rotation der Magnetisierung, wie sie von Stoner und Wohlfarth [23] für unabhängige Teilchen mit uniaxialer Anisotropie beschrieben wird, zu verändern.

Die Fig. 4.4 zeigt die Temperaturabhängigkeit der Koerzitiv-

feldstärke, H_{cx} , für drei Zusammensetzungen. Die Form der Hysteresekurve der Probe mit $x = 73,9$ variiert mit der Temperatur, wie in Kap. 4.1. beschrieben.

4.3. Suszeptibilität, χ

Die parallel zur leichten Achse der induzierten Anisotropie in der Schichtebene zu messende differentielle Suszeptibilität $\chi_d = (dM/dH_x)_{H_x \neq H_{cx}, T = \text{const}}$ der amorphen Schichten konnte nicht genau bestimmt werden. Das - besonders bei den samariumreichen Proben mit niedriger Magnetisierung - kleine Signal-Rauschverhältnis und der - durch immer etwas verschiedene Mengen Klebstoff, der zur Befestigung der Proben am Probenhalter benutzt wurde - nicht reproduzierbare Probenhaltereinfluß machen eine genaue Bestimmung der Suszeptibilität χ_d unmöglich. Im Rahmen der Meßfehler kann nur festgestellt werden, daß die Suszeptibilität für alle Proben bei $T = 300 \text{ K}$ im Bereich $10^{-3} \leq \chi \leq 10^{-2}$ liegt; dabei haben Proben mit $x > 80$ im Mittel eine Suszeptibilität, die mehr bei $\chi_d \approx 10^{-2}$ liegt, während für Proben mit $x < 80$ im Mittel eine Suszeptibilität mehr bei $\chi_d \approx 10^{-3}$ gemessen wird.

Die differentielle Suszeptibilität innerer Hysteresekurven für $H_x \neq H_x^*$ (vgl. Kap. 4.1) stimmt mit der an den äußeren Schleifen gemessenen im Rahmen der Meßfehler überein.

4.4. Rotationshysterese

Bei Torsionsmessungen an den aufgedampften Schichten wird im Feldbereich um $h = H/H_A = 0,5$ (H_A ist das zur in der Feld-drehebene wirksamen Anisotropie gehörige Anisotropiefeld) eine Rotationshysterese festgestellt (vgl. Fig. 2.4). Die von der Drehmomentkurve umrandete Fläche ist ein Maß für die Ummagnetisierungsverluste, W_r .

Die Fig. (4.5) zeigt für zwei Proben die Größe und den typischen Verlauf der Verluste W_r mit der Meßfeldstärke, H , bei Drehung um die x-, y- und z-Achse und $T = 300$ K. In Bezug auf die Kurve $W_{rx}(H)$ in Fig. (4.5) muß auf ein Ergebnis der Rechnungen in Kap. 2.2.1.3. hingewiesen werden: Die endlichen Werte von $W_{rx}(H)$ kommen durch minimale Justierfehler der Probe bezüglich der Drehachse zustande, da die Umkehr der Magnetisierung bei Drehung um die x-Achse unabhängig von der Größe des Magnetfeldes hysteresefrei geschieht, d.h., $W_{rx}(H) = 0$! Den Einfluß der Fehljustierung auf den "Hystereseverlust", W_{rx} , zeigt Fig (4.6). Da der Meßwert von W_{rx} so empfindlich von der Justierung abhängt, wurden meistens endliche Werte von W_{rx} gemessen. Im folgenden sollen nur noch $W_{rz}(H)$ und $W_{ry}(H)$ diskutiert werden, denn nur diese haben bezüglich der Magnetisierungsmechanismen eine Bedeutung.

Die in Fig. 4.5 dargestellten Kurven $W_{ry}(H)$ und $W_{rz}(H)$ ähneln den $W_r(H)$ Kurven, die Shtrikman und Treves /36/ für uniaxiale Teilchen, die ihre Magnetisierung durch einen "curling" genannten inhomogenen Prozess umkehren, berechnet haben. Man entnimmt dieser Abbildung ein großes Verhältnis

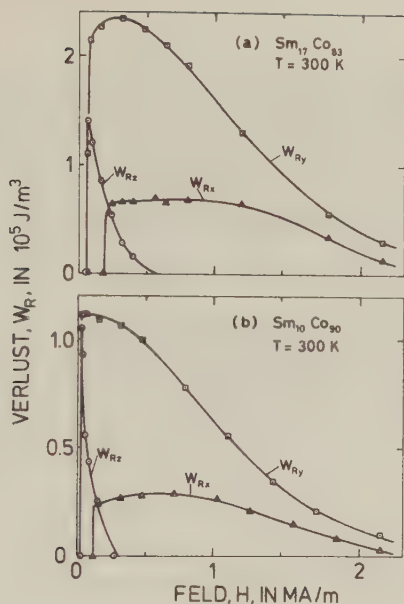


Fig. 4.5: Rotationshystereseverlust $W_R(H)$, an amorphen
a) $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$ und b) $\text{Sm}_{10}\text{Co}_{90}$ Schichten bei $T = 300 \text{ K}$
gemessen.

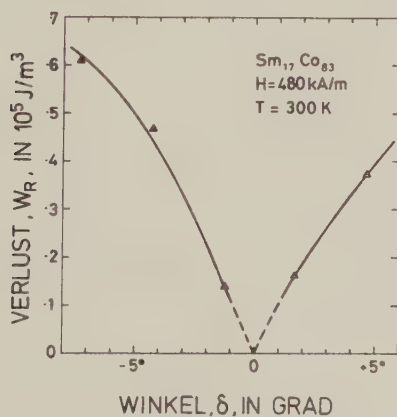


Fig. 4.6: Rotationshystereseverlust, W_R , als Funktion des
Winkels δ zwischen der in der Schichtebene liegenden
Drehachse des Feldes und der leichten Achse der
induzierten Anisotropie, gemessen an einer amorphen
 $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$ Schicht bei $H = 480 \text{ kA/m}$ und $T = 300 \text{ K}$.

der Felder, bei denen die Hysterese verschwindet, zu den Feldern, bei denen die Rotationshysterese beginnt. Im "curling" Modell deutet das auf große Werte des Parameters S hin, wobei der Grenzfall $S \rightarrow \infty$ Domänenwandverschiebung bedeutet. An den Schichten wurden Domänen beobachtet (vgl. Kap. 6).

Der Verlauf der in Fig. 4.5 angegebenen Kurven $W_{rz}(H)$ hat auch Ähnlichkeit mit dem von Jacobs und Luborsky /37/ für den "symmetrisches fanning" /38/ genannten inhomogenen Ummagnetisierungsprozess berechneten Kurvenverlauf $W_r(H)$. Die Entscheidung, welches dieser beiden Modelle zum Vergleich mit den Meßergebnissen am besten geeignet ist, kann durch die Berechnung des sogenannten Rotationshystereseintegrals R ,

$$R \equiv (1/\langle M \rangle) \int_0^{\infty} W_r(H) d(1/H),$$

erleichtert werden. Tabelle (2) zeigt die für eine Reihe von Proben im Konzentrationsbereich $70 \leq x \leq 90$ erhaltenen Werte von R : Für den Fall der Drehung um die y -Achse ergibt sich ein von der Konzentration x unabhängiger Wert bei $R_y = 3,9$, der dem von Shtrikman und Treves /36/ für "curling" im ausgeordneten Material für den Grenzfall $S \rightarrow \infty$ berechneten Wert von $R = 4,0$ sehr nahe kommt. Im Fall der Drehung um die z -Achse berechnet man einen von der Zusammensetzung unabhängigen Wert bei $R_z = 1,6$, der mit dem von Jacobs und Luborsky /37/ für "symmetrisches fanning" berechneten Wert $R = 1,54$ nahezu übereinstimmt.

Betrachtet man die Form der Drehmomentkurven bei

Material		$\langle M \rangle$ [Tesla]	Rotationshystereseseintegral		
Formel	x		R_Z	R_X	R_Y
$\text{SmCo}_{8,6}$	90	1,060	1,8	0,18	3,7
$\text{SmCo}_{4,9}$	83	0,770	1,6	0,42	4,0
$\text{SmCo}_{4,8}$	83	0,740	1,5	0,43	3,9
SmCo_3	75	0,510	1,7	0,61	3,9

Tab. 2: Rotationshystereseseintegral R_X , R_Y , R_Z für Drehung um die x-, y- und z-Achse, bei $T = 300$ K an amorphen $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten gemessen.

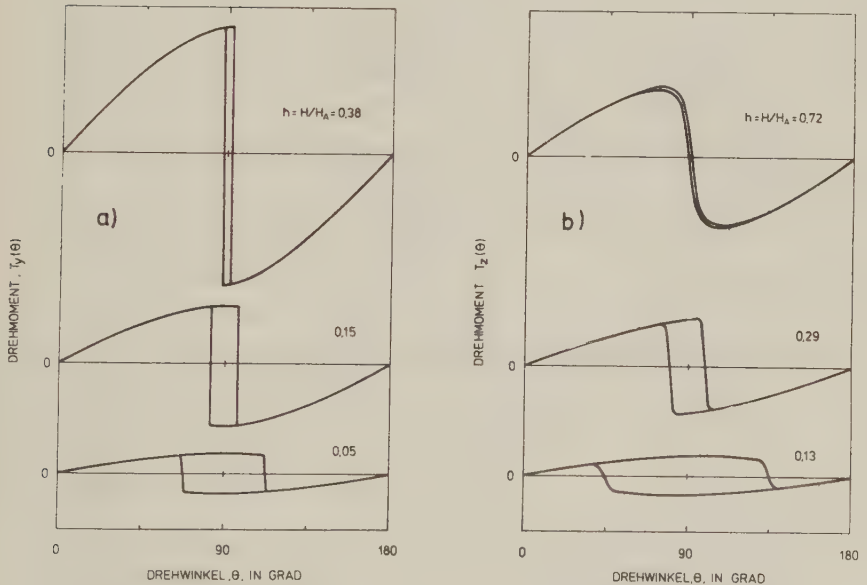


Fig. 4.7: Drehmomentkurven bei Drehung um die y- und z-Achse als Funktion des Felddrehwinkels θ , gemessen an einer amorphen $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$ -Schicht bei $T = 300$ K. Parameter ist die reduzierte Feldstärke $h = H/H_A$ mit $H_A = 2 K_u / \langle M \rangle$.

Drehung um die y- und z-Achse im konstanten Magnetfeld, wie sie in Fig. 4.7 am Beispiel einer $\text{Sm}_{17}\text{Co}_{83}$ Schicht für verschiedene Felder dargestellt ist, so sieht man, daß die Drehmomentkurve bei Drehung um die y-Achse im dargestellten Feldbereich nahezu rechteckförmig ist. Dagegen erhält man bei Drehung um die z-Achse Drehmomentkurven mit runder Form; die Steigung $\partial T(\theta)/\partial \theta$ ist in der Nähe des kritischen Winkels θ_K , bei dem das Drehmoment T das Vorzeichen wechselt, im Fall der Drehung um die z-Achse deutlich kleiner als im Fall der Drehung um die y-Achse.

Aus den Werten des Rotationshystereseeintegrals und der Form der Rotationshysteresekurven kann man schließen, daß bei einer Torsionsmessung $T(\theta)$ bei konstantem Feld im Fall einer Drehung um die y-Achse sich die Richtung der Magnetisierung durch Bildung von Domänen mit entgegengesetzter Magnetisierungsrichtung und anschließende Domänenwandverschiebung umkehrt. Dagegen wird im Fall der Drehung um die z-Achse die Magnetisierung offenbar durch einen, mehr dem "symmetrischen fanning" ähnlichen, ebenfalls inkohärenten Vorgang umgekehrt.

5. Thermische Nachwirkung der Magnetisierung

5.1. Übersicht

Im vorliegenden Kapitel wird das zeitliche Verhalten der Magnetisierung in parallel zur leichten Achse der induzierten Anisotropie orientierten Magnetfeldern beschrieben. Die angelegten Felder H_x sind um einige Prozent kleiner als das in Kap. 4.2 definierte, mit dem PVM bestimmte Koerzitivfeld H_{cx} .

Mißt man mit dem PVM nach Sättigung der Probe bei $H = + H_x$ die Magnetisierung einer amorphen $Sm_{100-x}Co_x$ Schicht mit $70 \leq x \leq 90$ bei konstanter Temperatur und einem konstanten Feld von z.B. $H = - 0,98 H_{cx}$, so stellt man eine Abnahme der Magnetisierung mit der Zeit fest: Beginnend bei $M = + \langle M \rangle$ durchläuft die Magnetisierung den Zustand $M = 0$ und strebt dann gegen $M = - \langle M \rangle$. Entsprechend verläuft das Experiment bei Feldern umgekehrter Richtung.

Die Zeit, $t(M = 0)$, in der sich die Magnetisierung von $M = + \langle M \rangle$ bis $M = 0$ ändert, hängt außerordentlich stark vom anliegenden Magnetfeld ab: Eine Änderung des anliegenden Magnetfeldes um etwa 1 % ändert die Zeit $t(M = 0)$ um etwa eine Zehnerpotenz.

Die Größe des Magnetfeldes, bei der die Nachwirkung der Magnetisierung auftritt, und die Tatsache, daß das Material unverändert bleibt, zeigen, daß es sich um einen thermisch aktivierten Nachwirkungsprozess vom Jordan Typ handelt /39,40/.

Am besten, d.h. im Verlauf einer Meßzeit von bis zu etwa einer Stunde, läßt sich die thermisch aktivierte Nachwirkung der Magnetisierung an Proben mit rechteckförmiger Hysterese-kurve in Feldern $0,95 H_{CX} \leq |H_x| \leq 0,99 H_{CX}$ beobachten (zu H_{CX} vgl. Kap. 4.2). Entsprechend wurde der Nachwirkungseffekt an Proben mit $x > 80$ bis $T \geq 4,2$ K, an Proben mit $x \leq 80$ nur bis etwa $T \geq 200$ K gemessen (vgl. Kap. 4.1).

Für Magnetfelder $|H_x| < 0,95 H_{CX}$ und/oder in Proben mit run-der Hysterese-kurve verläuft der Nachwirkungsvorgang der Ma-gnetisierung so langsam, daß auf eine Messung verzichtet wurde.

In den folgenden Kapiteln wird zunächst eine formale Beschrei-bung auf phänomenologischer Basis der Nachwirkung der Magneti-sierung gegeben, danach werden die Meßkurven und ihre Aus-wertung beschrieben.

5.2. Formale Beschreibung /24,41/

Das in 5.1. beschriebene Experiment entspricht einem Ein-schaltversuch: Nach vorheriger Sättigung der Probe wird zur Zeit $t = 0$ ein für $t > 0$ zeitlich konstantes Magnetfeld $H = H_x < H_{CX}$ entgegengesetzter Richtung eingeschaltet und die Änderung der Magnetisierung $\Delta M(t) \equiv M(0) - M(t)$ bei konstanter Temperatur gemessen. In der Zeit, von $t = 0$ bis $t \rightarrow \infty$ ändert sich die Magnetisierung von $M(0) = + \langle M \rangle$ bis $M(\infty) = - \langle M \rangle$.

Für den Vergleich von an verschiedenen Proben gemessenen Nachwirkungskurven miteinander und mit gerechneten Modellkurven ist es sinnvoll, im folgenden die reduzierte Änderung der Magnetisierung,

$$\tilde{\Delta m}(t) = \Delta M(t) / 2 \langle M \rangle, \quad (5.1)$$

zu betrachten.

Im allgemeinen lassen sich Einschaltkurven nicht mit einer einzigen Zeitkonstanten τ , sondern mit einem kontinuierlichen Zeitkonstantenspektrum $F(\tau)$ beschreiben. Für eine Betrachtung in einer logarithmischen Zeitskala ergibt sich damit für die reduzierte Änderung der Magnetisierung:

$$\tilde{\Delta m}(t) = 1 - \int_0^{\infty} F(\tau) \cdot \exp(-t/\tau) d(\ln \tau). \quad (5.2)$$

Für die Normierungsgleichung der Verteilungsfunktion gilt

$$\int_0^{\infty} F(\tau) d(\ln \tau) = 1; \quad (5.3)$$

mit

$$F(\tau) d(\ln \tau) = (F(\tau)/\tau) d\tau \quad (5.4)$$

lautet dann das Normierungsintegral

$$\int_0^{\infty} (F(\tau)/\tau) d\tau = 1. \quad (5.5)$$

Die Funktion $F(\tau)$ sei im Zeitkonstantenintervall $\tau_1 \leq \tau \leq \tau_2$ konstant, außerhalb dieses Intervalles sei $F(\tau) = 0$. Aus dem Normierungsintegral ergibt sich der Wert der Konstanten zu

$$F(\tau) = (\ln \tau_2 - \ln \tau_1)^{-1} = \text{const}. \quad (5.6)$$

Setzt man die Gleichungen (5.4) und (5.6) in die Gleichung (5.2) ein, so ergibt sich für die Zeitabhängigkeit von $\Delta\tilde{m}$:

$$\Delta\tilde{m}(t) = 1 - (\ln\tau_2 - \ln\tau_1)^{-1} \cdot \int_{\tau_1}^{\tau_2} 1/\tau \cdot \exp(-t/\tau) d\tau. \quad (5.7)$$

Die Auswertung des Integrals führt auf einen in der Mathematik "Integralexponentialfunktion" genannten Ausdruck der Form

$$\int_{-\infty}^u \exp(u)/u \, du = Ei(u) . \quad (5.8)$$

Dieser Ausdruck kann nicht elementar berechnet werden. Aus diesem Grund ist die Gleichung (5.7) für $\Delta\tilde{m}(t)$ numerisch ausgewertet worden. Die Fig. 5.1 zeigt einige gerechnete Kurven $\Delta\tilde{m}(t)$, wobei die Zeit t logarithmisch aufgetragen wurde. In Fig. (5.1) ist das Verhältnis der Grenzrelaxationszeiten der Verteilung $a = \tau_2/\tau_1$ Parameter. Die Abszisse zum Wert $\Delta\tilde{m}(1-e^{-1}) = \Delta\tilde{m}(0,632)$ gibt den logarithmischen Mittelwert $\langle \tau \rangle$ der Grenzzeitkonstanten der entsprechenden Kurve an:

$$t(\Delta\tilde{m} = 0,632) \equiv \langle \tau \rangle = \exp(1/2 \cdot (\ln\tau_2 + \ln\tau_1)). \quad (5.9)$$

Der Punkt $(\ln\langle \tau \rangle, \Delta\tilde{m}(\langle \tau \rangle) \approx 0,632)$ ist der Wendepunkt der Kurve $\Delta\tilde{m} = \Delta\tilde{m}(\ln t)$. Fig. (5.1) ist zu entnehmen, daß die Steigung am Wendepunkt bei $t = \langle \tau \rangle$ mit steigendem Parameter $a = \tau_2/\tau_1$ abnimmt. Außerdem sieht man, daß für $a > 100$ und Meßzeiten $\tau_1 < t < \tau_2$ die Funktion $\Delta\tilde{m} = \Delta\tilde{m}(\ln t)$ näherungsweise linear ist.

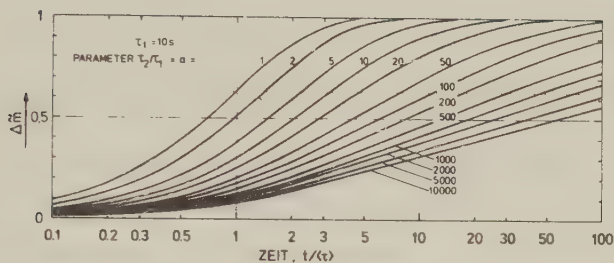


Fig. 5.1: Berechnete Nachwirkungskurve $\Delta\tilde{m} = f(t/\langle\tau\rangle)$ unter Annahme eines konstanten Zeitkonstantenspektrums; Parameter ist das Verhältnis $\tau_2/\tau_1 \equiv a$;
 $\langle\tau\rangle = \exp(1/2 \cdot (\ln\tau_2 + \ln\tau_1))$.

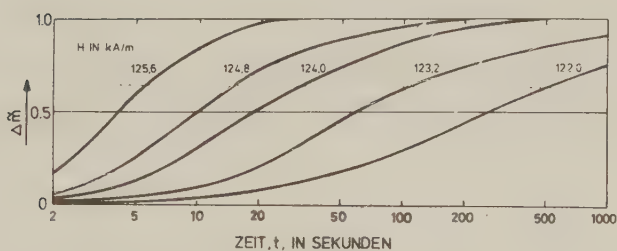


Fig. 5.2: Bei $T = 173$ K an einer amorphen $\text{Sm}_{15}\text{Co}_{85}$ Probe gemessene Nachwirkungskurven; aufgetragen ist die reduzierte Änderung der Magnetisierung, $\Delta\tilde{m}$, als Funktion der Zeit, Parameter ist die Feldstärke $H = H_x$.

5.3. Nachwirkungskurven

Nachwirkungskurven wurden mit dem PVM gemessen. Ein ideales Einschaltexperiment, wie es im vorangehenden Kapitel zur Grundlage der Modellrechnungen gemacht wurde, lässt sich in der Praxis nur näherungsweise verwirklichen; die mit dem Meßaufbau unvermeidbar verbundenen Zeitkonstanten bei der Einstellung des Magnetfeldes und bei der Messung der Magnetisierung führen zu einer Unsicherheit in der Zuordnung des Meßwertes der Magnetisierung zur Meßzeit. Versuche zeigen, daß das PVM zusammen mit der Magnetfelderzeugung eine Unsicherheit von 2 bis 3 Sekunden in der Zuordnung des Meßwertes der Magnetisierung zur Meßzeit hervorruft. Darum können mit dem PVM gemessene Nachwirkungskurven erst für Meßzeiten $t > 10$ s sinnvoll mit den im vorigen Kapitel berechneten Kurven verglichen werden.

Fig. 5.2 zeigt eine Schar von mit dem PVM gemessenen Nachwirkungskurven am Beispiel einer amorphen $\text{Sm}_{15}\text{Co}_{85}$ Probe bei $T = 173$ K, Parameter ist die Feldstärke $H = H_x$. Die Form der Meßkurven ähnelt der der berechneten Kurven in Fig. 5.1 sehr.

Auch bei der Messung von Drehmomentkurven bei Drehung um die y-Achse wird in dem Feldbereich, in dem die Rotationshysterese auftritt, eine durch thermische Aktivierung hervorgerufene Änderung der Magnetisierung durch eine entsprechende Änderung

des Drehmomentes beobachtet: Bei Felddrehwinkeln, die etwas kleiner als der kritische Winkel θ_K sind, beobachtet man bei konstant gehaltenem Felddrehwinkel, konstantem Feld und konstanter Temperatur eine Änderung des Drehmomentes mit der Zeit. Der zeitliche Verlauf des Drehmomentes $T(t)$ ist dem der Magnetisierung vergleichbar. Die Ähnlichkeit im zeitlichen Verhalten beider Verläufe entsteht dadurch, daß sich bei Annäherung an den kritischen Winkel θ_K die in der Schichtebene wirksame Komponente des Magnetfeldes der Koerzitivfeldstärke H_{CX} nähert, bei der Drehung um die y -Achse durchläuft die Magnetisierung $\langle M \rangle$ der Probe im Endeffekt einen Hysteresesyklus mit Feld parallel zur leichten Achse /15/.

Die mit der Torsionswaage gemessenen Nachwirkungskurven werden jedoch vom Meßgerät bzw. vom Meßverfahren verfälscht. Bei der Einstellung der Dämpfung des Kompensationskreises muß der aperiodische Grenzfall vermieden werden, um schnelle Änderungen des Drehmomentes - wie sie z.B. beim Vorzeichenwechsel des Drehmomentes in der Rotationshysteresekurve beim kritischen Winkel θ_K auftreten - noch erfassen zu können. Die überkritische Einstellung der Dämpfung ruft eine Oszillation der Probe mit kleiner Amplitude ($\delta < 0,5^\circ$) um die Nullage hervor. Durch diese Oszillation wird die in der Schichtebene wirksame Komponente des Magnetfeldes sinusförmig mit einer Amplitude $\delta H_x < 0,02 H_x$ moduliert. In Kap. 5.1 wurde bereits auf die starke Feldabhängigkeit der zeitlichen Änderung der Magnetisierung hingewiesen!

Wegen dieses systematischen Fehlers bei der Messung von Nachwirkungskurven mit der Torsionswaage werden im folgenden nur mit dem PVM gemessene Nachwirkungskurven diskutiert.

5.4. Auswertung

Zur Auswertung werden die gemessenen Werte der Magnetisierungsänderung durch den aus der quasistatischen Wechselfeldhysteresis der gleichen Probe entnommenen Wert $2 \cdot \langle M \rangle$ dividiert, um zu reduzierten Werten entsprechend den in Fig. (5.1) aufgetragenen zu kommen. Danach werden die gemessenen Nachwirkungskurven mit der reduzierten Größe $\Delta \tilde{m}(t)$ aufgetragen und mit den Modellkurven aus Kap. 5.2 verglichen. Die auf transparente Folie kopierten theoretischen Kurven werden auf der gemessenen Kurve verschoben, bis die Steigung im Wendepunkt, d.h. bei $\Delta \tilde{m} = 0,632$, der gemessenen Kurve mit der Steigung im Wendepunkt einer berechneten Kurve aus der in Fig. (5.1) dargestellten Kurvenschar übereinstimmt. Die dann vorliegende Verschiebung der Zeitachse der Meßkurve gegen die Zeitachse der Modellkurven ergibt den Mittelwert des Zeitkonstantenspektrums $\langle \tau \rangle$, der Wert des Parameters, a , der "passenden" theoretischen Nachwirkungskurve das Verhältnis der Grenzzeitkonstanten $a = \tau_2 / \tau_1$.

Beim Vergleich der Modellkurven mit den Meßkurven stellt sich heraus, daß die theoretischen Kurven den Verlauf der gemes-

senen Nachwirkungskurven nur annähernd wiedergeben: Eine Übereinstimmung der Kurven im gesamten Bereich der Meßzeit von $10 \text{ s} \leq t \leq 1000 \text{ s}$ wird bei keiner Probe gefunden. Die festgestellten Abweichungen entstehen wahrscheinlich durch nicht-kontinuierliche Zeitkonstantenspektren der Proben und durch die sich mit dem Magnetisierungszustand ändernden entmagnetisierenden Felder in der Probe. Durch das gerade beschriebene Auswertungsverfahren erhält man somit nur Information über ein gemittelttes Zeitkonstantenspektrum der Probe.

Prinzipiell ist bei der Auswertung der Nachwirkungskurven zu beachten, daß die Meßdauer die Größe der den Meßkurven entnehmbaren Zeitkonstanten festlegt: Es können nur Zeitkonstanten gemessen werden, die dieselbe Größenordnung wie die Meßzeit haben.

Mit dem oben beschriebenen Auswertungsverfahren erhält man aus den Nachwirkungskurven Werte für die mittlere Relaxationszeit $\langle \tau \rangle$ und das Verhältnis der Grenzzeitkonstanten (τ_2/τ_1) , die in den Fig. 5.3 und 5.4 in halblogarithmischer Auftragung dargestellt sind: In beiden Darstellungen wird als Abszisse die Differenz $\Delta H_x = H_{cx} - H_x$ der Feldstärke H_x , bei der die jeweilige Kriechkurve gemessen wurde, zur zugehörigen Koerzitivfeldstärke H_{cx} entsprechend Kap. (4.2) benutzt. Fig. 5.3 zeigt den Verlauf von $\ln(\langle \tau \rangle/\text{s})$ und $\ln(\tau_2/\tau_1)$ von amorphem

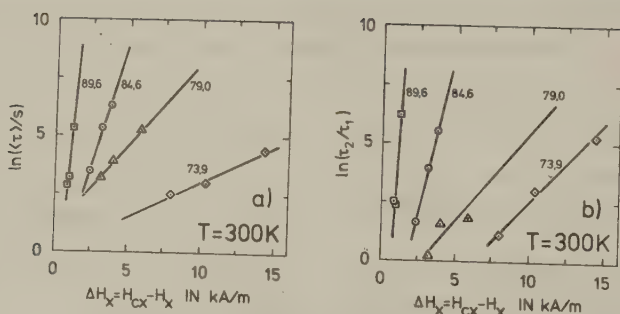


Fig. 5.3: Logarithmus a) der mittleren Zeitkonstanten $\langle \tau \rangle$ in Sekunden und b) des Verhältnisses der Grenzzeitkonstanten τ_2/τ_1 als Funktion der Felddifferenz $\Delta H_x = H_{Cx} - H_x$ (mit H_{Cx} aus Kap. 4.2), gemessen bei $T = 300\text{ K}$ an amorphen $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten. Parameter ist die Kobaltkonzentration x .

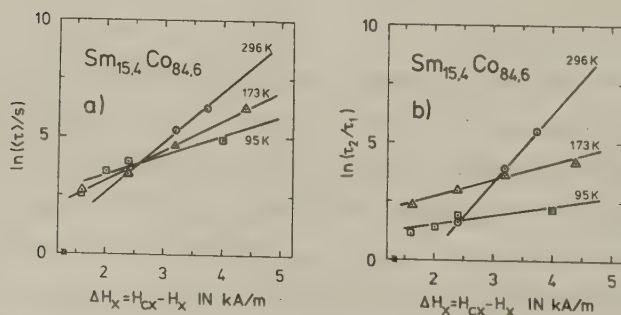


Fig. 5.4: Logarithmus a) der mittleren Zeitkonstante $\langle \tau \rangle$ in Sekunden und b) des Verhältnisses der Grenzzeitkonstanten τ_2/τ_1 als Funktion der Felddifferenz $\Delta H_x = H_{Cx} - H_x$ (mit H_{Cx} aus Kap. 4.2), gemessen an einer amorphen $\text{Sm}_{15.4}\text{Co}_{84.6}$ Schicht bei drei verschiedenen Temperaturen. Parameter ist die Meßtemperatur T .

$\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ bei $T = 296 \text{ K}$ und verschiedenen Konzentrationen x mit ΔH_x ; Fig. (5.4) zeigt den Verlauf von $\ln(\langle \tau \rangle / s)$ und $\ln(\tau_2 / \tau_1)$ einer amorphen $\text{Sm}_{15,4}\text{Co}_{84,6}$ Schicht bei drei Temperaturen in Abhängigkeit von ΔH_x .

Die Größenordnung der mittleren Zeitkonstanten $\langle \tau \rangle$ von 100 s entspricht der Größenordnung der Meßzeiten. Die Breite der Zeitkonstantenspektren, dargestellt durch das Verhältnis τ_2 / τ_1 , ist sehr gering: Bei allen Proben und allen Temperaturen wird ein Verhältnis der Grenzzeitkonstanten der Größenordnung 100 gefunden; entsprechende Zahlenwerte, die an anderen Materialien mit thermisch aktivierter Magnetisierungsänderung gemessen werden, liegen bei $\tau_2 / \tau_1 > 10^6$ /39/.

Sowohl $\langle \tau \rangle$ als auch das Verhältnis τ_2 / τ_1 hängen exponentiell von der Größe des Magnetfeldes H_x ab, d.h. $\ln(\langle \tau \rangle / s) = f_1(H)$ und $\ln(\tau_2 / \tau_1) = f_2(H)$. Eine weitergehende Analyse der Feldabhängigkeit auf Grund der Meßwerte konnte wegen der Streuung der Meßwerte nicht durchgeführt werden. In diesem Sinne sind die in Fig. 5.3 und 5.4 eingezeichneten Geraden zunächst nur Hilfslinien, die die Zusammengehörigkeit von unter entsprechenden Bedingungen aufgenommenen Meßwerten deutlich machen sollen. Offenbar ist jedoch die Abweichung vom linearen Verlauf im jeweils benutzten Bereich des Magnetfeldes so gering, daß dort ein der Feldstärke proportionaler Verlauf von $\ln(\langle \tau \rangle / s)$ und $\ln(\tau_2 / \tau_1)$ als Näherung angenommen werden kann. Die Steigung dieser Geraden wird unten zur Auswertung benutzt.

Die durch einen thermisch aktivierten Vorgang hervorgerufene Zeitkonstante τ wird durch eine Gleichung der Form

$$\tau = (f_0)^{-1} \exp (\Delta E/kT) \quad (5.10)$$

beschrieben /42/. Dabei ist f_0 eine mit der Temperatur nur langsam veränderliche Frequenz, die näherungsweise als die Präzessionsfrequenz eines Spins um seine Gleichgewichtslage angenommen werden kann. ΔE ist die die Nachwirkung bestimmende Aktivierungsenergie. Aus (5.10) ergibt sich:

$$\Delta E = kT \cdot \ln(\langle \tau \rangle \cdot f_0) . \quad (5.11)$$

Setzt man typische Meßwerte in diese Gleichung ein, erhält man Aktivierungsenergien der Größenordnung $1 \cdot 10^{-19}$ J. Wendet man (5.10) auf das Verhältnis der Grenzzeitkonstanten an, ergibt sich:

$$\Delta E_2 - \Delta E_1 = kT \cdot \ln(\tau_2/\tau_1) . \quad (5.12)$$

Das Verhältnis der Grenzzeitkonstanten gibt den Streubereich der Aktivierungsenergien an. Einsetzen von Meßwerten zeigt, daß die Streubreite der Aktivierungsenergien bei Raumtemperatur $\Delta E_2 - \Delta E_1 \approx 0,1 \Delta E$ ist. Die Streuung der Aktivierungsenergien einer $\text{Sm}_{15,4}\text{Co}_{84,6}$ Probe verringert sich beim Abkühlen von $T = 296 \text{ K}$ auf $T = 95 \text{ K}$ auf $\Delta E_2 - \Delta E_1 \approx 0,05 \Delta E$.

Im Kap. 4.2 wurde aus dem Verlauf der Abhängigkeit

$h_{\text{CX}}(x) = H_{\text{CX}}(x)/H_{\text{A}}(x)$ (Fig. 4.3) geschlossen, daß sich das

magnetische Verhalten der $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten mit abnehmender Konzentration x offenbar zu einem Verhalten verändert, wie es an unabhängigen Teilchen mit uniaxialer Anisotropie beobachtet wird. Für solche Teilchen haben L. Néel /43,44/ und W.F. Brown /45/ ein Modell entwickelt, das die durch thermische Schwankungen hervorgerufenen Änderungen der Magnetisierung bei Temperaturen $T > 0$ beschreibt. Im Rahmen dieses Modells sollen im folgenden die aus Nachwirkungskurven entnommenen Werte von $\langle \tau \rangle$ und τ_2/τ_1 diskutiert werden. Es muß jedoch ausdrücklich darauf hingewiesen werden, daß dieses Modell eigentlich nur für amorphe Proben mit $x \approx 70$ bei $T = 296$ K und, wie sich unten herausstellt, für amorphes $\text{Sm}_{15,4}\text{Co}_{84,6}$ bei $T = 95$ K anwendbar ist. Für alle anderen Konzentrationen und Temperaturen sind die Ergebnisse nur mit Vorsicht zu betrachten und als mehr oder minder gute Näherungslösungen anzusehen.

Néel und Brown nehmen für die Aktivierungsenergie einen Ausdruck der Form

$$\Delta E = K \cdot V \quad (5.13)$$

an, wobei K die Dichte der uniaxialen Anisotropieenergie und V ein "Aktivierungsvolumen" ist. Für den Fall, daß ein äußeres Magnetfeld H_x die Magnetisierung der "Teilchen" beeinflusst, ergibt sich nach den Rechnungen von Néel und Brown für die Aktivierungsenergie der hier betrachteten amorphen $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Proben

$$\Delta E = 0,5 \cdot V \cdot \langle M \rangle \cdot H_0 \left(1 - H_x/H_0\right)^2 ; \quad (5.14)$$

dabei ist H_0 die Koerzitivfeldstärke bei $T = 0$ K. Mit (5.10) und (5.14) gilt dann

$$\ln(\langle \tau \rangle / s) = \ln(f_0^{-1} / s) + (V \langle M \rangle H_0 / 2 kT) (1 - H_x / H_0)^2. \quad (5.15)$$

(5.15) ergibt eine exponentielle Abhängigkeit von $\langle \tau \rangle$ und auch τ_2 / τ_1 vom Magnetfeld, die mit den Meßwerten verträglich ist. Differenzieren nach (H_x / H_0) und einige Umformungen führen zur Gleichung

$$v^* \equiv a \cdot k \cdot T / \langle M \rangle \approx -V + V \cdot H_x / H_0, \quad (5.16)$$

wobei a die Steigung der in Fig. (5.3) und (5.4) eingezeichneten Geraden und $\langle M \rangle = \langle M \rangle(T, x)$ ist. (5.16) stellt in Bezug auf die Abhängigkeit $v^* = f(H)$ eine Geradengleichung dar; der Achsenabschnitt der Geraden ergibt das Aktivierungsvolumen, die Steigung der Geraden zusammen mit dem Aktivierungsvolumen die Koerzitivfeldstärke bei endlicher Temperatur und Abwesenheit von thermischen Schwankungen, H_0 . Meßwerte $v^* = f(H_x)$ zeigt Fig. 5.5. Die Meßpunkte liegen nicht auf einer Geraden sondern auf einer Kurve. Zur Auswertung wurden in den eingezeichneten Meßpunkten Tangenten an die Kurve gelegt. Steigung und Achsenabschnitt dieser Tangenten ergeben mit (5.16) Werte für V und H_0 für jeden Meßpunkt; sie sind in Tab. 3 zusammengestellt.

Die Ergebnisse für H_0 sind in sofern vernünftig, als die Werte für H_0 größer als die entsprechenden Werte von H_{cx} sind. Es zeigt sich jedoch an der $H_0(T)$ Abhängigkeit, die sich bei diesen Rechnungen ergibt, daß sich der Mechanismus der Magne-

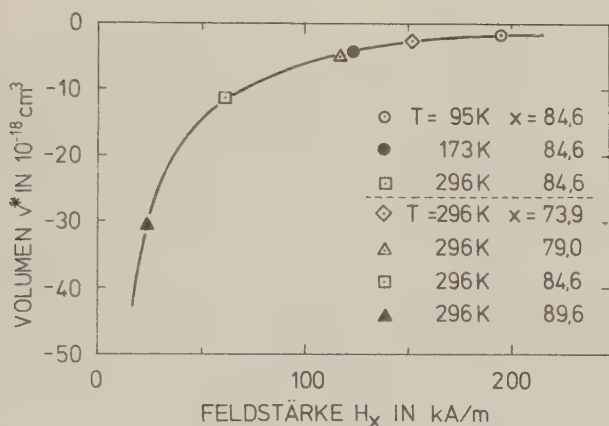


Fig. 5.5: Gemessener Verlauf von $v^* = f(H_x)$ entsprechend Gleichung (5.16). Erläuterung siehe Text.

	T/K	$V/10^{-18}\text{cm}^3$	$H_O/\text{kA m}^{-1}$
$x = 84,6$	296	24	118
	173	13	178
	95	3	366

	x	$V/10^{-18}\text{cm}^3$	$H_O/\text{kA m}^{-1}$
$T = 296\text{K}$	73,9	9	222
	79,0	14	182
	84,6	24	118
	89,6	75	44

Tab. 3: Auf Grund eines Modells unabhängiger Teilchen mit uniaxialer Anisotropie (vgl. Text) für $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten bei Temperaturen T ermittelte Werte des Aktivierungsvolumens V und der Koerzitivfeldstärke H_O .

tisierungsänderung mit steigender Temperatur wandelt; für $T = 296 \text{ K}$ kann sicher nicht mehr von unabhängigen Teilchen ausgegangen werden. Der für $T = 95 \text{ K}$ ermittelte Wert $H_0 = 360 \text{ kA/m}$ ist wohl im Rahmen des angewandten Modells der glaubwürdigste Wert. Die anderen Werte von H_0 sind mit entsprechender Vorsicht zu betrachten. Der Tab. 3 kann entnommen werden, daß die Aktivierungsvolumina amorpher $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten die Größenordnung $10 \cdot 10^{-18} \text{ cm}^3$ haben. Darüber hinaus kann auf Grund der Unsicherheit, für welches Meßergebnis das Modell noch anwendbar ist, eine Zunahme der Aktivierungsvolumina mit der Temperatur und steigender Kobaltkonzentration nur vermutet werden.

Die Anwendbarkeit des von Néel und Brown diskutierten Modells der thermisch aktivierten Ummagnetisierung von unabhängigen Teilchen mit uniaxialer Anisotropie auf die im Rahmen der vorliegenden Arbeit hergestellten Schichten ist zweifelhaft. Eine Erweiterung des Modells durch Berücksichtigung von Wechselwirkungen der Teilchen miteinander wäre für eine Auswertung der hier diskutierten Nachwirkungskurven vorteilhaft.

6. Domänenstruktur

6.1. Abhängigkeit von Materialparametern

Die Domänenwände in den aufgedampften Schichten wurden mit Hilfe der "Bittertechnik" sichtbar gemacht; die Bitterlösung wurde nach einem bekannten Rezept (vgl. z.B. Craik und Tebble /46/) hergestellt. Ein kleiner Teil der Domänenuntersuchungen wurde mit einem 1:5 mit Wasser verdünnten "Ferrofluid" der Firma "Ferrofluidics" (USA) durchgeführt. Das für Ummagnetisierungsbeobachtungen mit dem Mikroskop nötige Magnetfeld wurde mit Hilfe eines kleinen Elektromagneten mit einem Luftspalt von 5 mm erzeugt, der mit Gleichstrom (bis 1,5 A) gespeist wurde. Die mit diesem Gerät erreichbaren Magnetfeldstärken lagen im Dauerbetrieb bei etwa 0,2 T und kurzzeitig - zum Aufmagnetisieren der Probe - bei etwa 0,3 T.

Da bei Ummagnetisierungsversuchen unter dem Mikroskop Beobachtungszeiten von einer Stunde und mehr nicht selten waren, erwies es sich als zweckmäßig, die aufgedampften Schichten in ein "Töpfchen" mit der Höhe der Probe (samt Substrat) zu legen, Bitterlösung einzufüllen und dann ein Mikroskopdeckgläschen als Deckel aufzulegen. So konnte das Verdunsten des Wassers aus der Bitterlösung weitestgehend vermieden werden.

Mit Hilfe der eben kurz beschriebenen (Standard-) Technik zur Sichtbarmachung der Domänenwände wurden an allen aufgedampften Schichten während einer Umkehrung der Magnetisierung

mit Magnetfeld parallel zur leichten Achse der induzierten Anisotropie im weitesten Sinne Zick-Zack Domänen beobachtet. Die Amplitude und die Periodizitätslänge der Zick-Zack Form variierte mit der Zusammensetzung der Probe. An amorphen Schichten mit $x > 85$ (typische Zusammensetzung $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$) konnten große sägezahnartige Strukturen mit geradlinigen Flanken beobachtet werden, wie sie in der Fig. 6.1 an einem Beispiel gezeigt werden. Die Amplitude betrug typischer Weise 100 μm bis 300 μm , die Periodizitätslänge etwa 30 μm bis 80 μm . Die Form dieser Zick-Zack Domänen ist schon häufig an dünnen Schichten beobachtet worden /47/. Eine einzige Zick-Zack Domänenwand dieser Art kann sich im entmagnetisierten Zustand der Schicht quer über die ganze Probe erstrecken.

Die Domänenstruktur von Schichten mit $x < 80$ ist wesentlich feiner als die gerade beschriebene. Eine quer über die Probe verlaufende Wand besteht aus einer Folge von feinen nadelförmigen Spitzen. Die mittlere Länge dieser Spitzen ist etwa 10 μm bis 15 μm , die Entfernung der Spitzen von einander etwa 3 μm . Die Spitzen haben keine geradlinigen Flanken, sondern sie werden von unregelmäßigen Linien begrenzt. Bei der Beobachtung im Mikroskop fällt auf, daß der Verlauf der Domänenwände nur sehr schlecht zu verfolgen ist, da die Wand nicht als starke durchgehende Linie wie bei Schichten mit $x > 85$, sondern als dünne, vielfach unterbrochene Linie, etwa in der Art einer Perlenkette von den Bitterteilchen sichtbar gemacht wird. Fig. 6.2 zeigt ein typisches Beispiel.

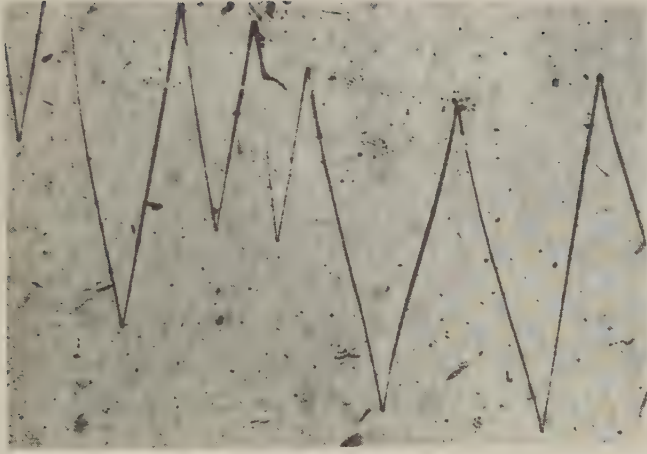


Fig. 6.1: Sägezahnförmige Domänenwand in einer amorphen $\text{Sm}_{10,3}\text{Co}_{89,7}$ Schicht.
(1 cm $\hat{=}$ 50 μm)

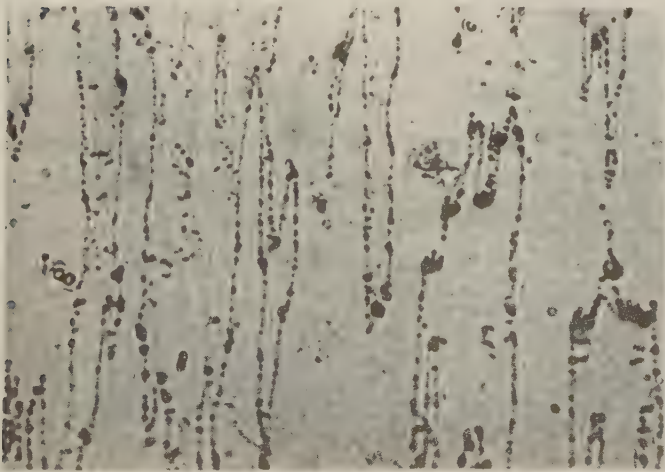


Fig. 6.2: Domänenwände in einer amorphen $\text{Sm}_{26,2}\text{Co}_{73,8}$ Schicht.
(1 cm $\hat{=}$ 20 μm)

Die Domänenstruktur in Schichten mittlerer Zusammensetzung (SmCo_5) läßt sich als Mittelding zwischen den beiden vorher charakterisierten Extremen beschreiben. Es bilden sich sägezahnähnliche Domänen aus, wobei die Spitzen unregelmäßige Entfernungen von einander haben, etwa $50 \mu\text{m}$ bei einer Amplitude von etwa $100 \mu\text{m}$. Die Flanken sind mehr oder minder unregelmäßig, meistens etwas gekrümmt und häufig noch mit feinen Spitzen besetzt. Ein Beispiel zeigt Fig. 6.3.

Zusammenfassend stellt man fest, daß die Domänenstruktur offenbar durch die Größe $\kappa = \langle M \rangle^2 / K_u$, die dem Verhältnis von magnetostatischer Wechselwirkungsenergie zu Anisotropieenergie proportional ist, bestimmt wird: Bei hoher magnetostatischer Energie werden große, glatte Sägezahndomänen beobachtet, wie sie in der Literatur für geladene Néel-Wände in dünnen Schichten beschrieben werden /11,47/. Nimmt das Verhältnis κ ab, werden die Domänenstrukturen feiner und unregelmäßiger: Anstelle von geradlinigen Domänenwänden treten immer unregelmäßiger verlaufende Wände auf. Dieses Verhalten wird im Prinzip mit den hier dargestellten Ergebnissen übereinstimmend von R.C. Taylor /48/ für geladene Néel-Wände in dünnen Schichten beschrieben. Dieser Autor gibt eine Gleichung an, die den Spitzenwinkel der Sägezahn-Domänen mit den primären magnetischen Eigenschaften und der Schichtdicke verknüpft:

$$\theta = \frac{\pi (\pi A)^{1/2}}{2 M_s \cdot t} + C \quad (6.1)$$

(mit θ = Spitzenwinkel, A = Austauschkonstante,

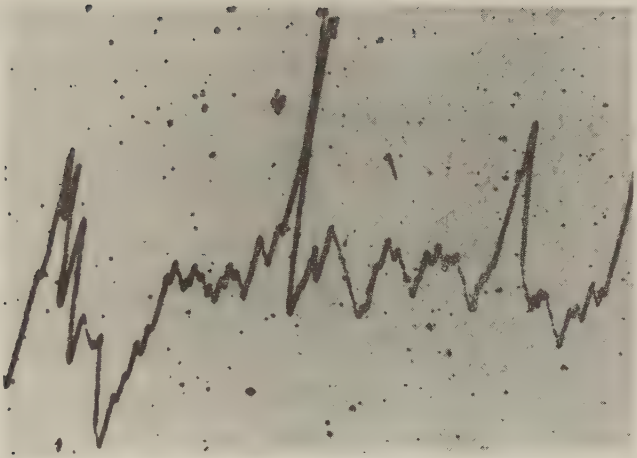


Fig. 6.3: Domänenwand in einer amorphen $\text{Sm}_{17,1}\text{Co}_{82,9}$ Schicht.
(1 cm $\hat{=}$ 150 μm)



Fig. 6.4: Umkehrdomänen am Rand einer amorphen $\text{Sm}_{10,9}\text{Co}_{89,1}$ Schicht.
(1 cm $\hat{=}$ 40 μm)

M_s = Sättigungsmagnetisierung in Gauss, t = Schichtdicke in μm , C = empirische Konstante)

Diese Beziehung konnte jedoch im Rahmen der vorliegenden Untersuchungen nur qualitativ bestätigt werden. Nur für kobaltreiche Schichten war eine mit den Beobachtungsergebnissen etwa übereinstimmende Beschreibung durch diese Beziehung möglich. Die von M.J. Freiser /49/ für dünne Schichten durchgeführten Berechnungen ergaben keine Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Domänenbeobachtungen.

6.2. Domänenkeimbildung und Wachstum

Ausgehend von dem in der leichten Richtung magnetisch gesättigten Zustand war eine Bildung von Umkehrdomänen im gesamten Zusammensetzungsbereich $70 \leq x \leq 90$ nur an Störungen der Schicht zu beobachten. Eine Störung ist in diesem Zusammenhang sowohl der Rand der Probe als auch Löcher oder Verunreinigungen der Schicht. Man muß also von einer heterogenen Domänenkeimbildung für alle Schichten des betrachteten Zusammensetzungsbereichs ausgehen.

Form und Ort der Entstehung von Umkehrdomänen sind jedoch von der Zusammensetzung der Probe abhängig: An Schichten mit $x > 85$ beginnt die Ummagnetisierung grundsätzlich am Rand der Probe in Form von feinen Sägezahnketten, wie in Fig. 6.4 dargestellt. Mit fortschreitender Ummagnetisierung wachsen

einige der kleinen sägezahnförmigen Domänen auf Kosten der benachbarten und bilden eine über die ganze Probenoberfläche gehende Zick-Zack Domänenwand der in Kap. 6.1 beschriebenen Form. Diese Wand wird bewegt, indem die großen Zick-Zack Domänenspitzen im Wechsel miteinander wachsen und die Probe durchqueren.

Bei Proben mit $x < 80$ bilden sich Umkehrdomänen in Form von etwa kreisförmigen Gebilden mit unregelmäßigem Rand an Störungen der Schicht, die über die Probenoberfläche gleichmäßig verteilt sind. Die Abbildungsfolge 6.5 zeigt, wie aus einer solchen kreisförmigen Umkehrdomäne bei fortschreitender Um-magnetisierung die oben beschriebenen nadelförmigen Domänen herauswachsen.

Bei SmCo_5 - Proben beobachtet man ein Domänenwachstum, das in seinem Verlauf wieder ein Mittelding zwischen den beiden Ver-läufen in Schichten der Grenzzusammensetzungen bei $x = 75$ und $x = 90$ ist: Domänen entgegengesetzter Magnetisierung entstehen sowohl am Rand der Probe als auch im Innern der Probe an Störungen. Die Abbildungsfolge 6.6 zeigt für eine Umkehrdo-mäne die Bildung an einem Loch in der Schicht und das folgende Wachstum.

An Proben aller Zusammensetzungen ist beobachtet worden, daß die Bewegung der Domänenwände örtlich ungleichmäßig ist und nicht nur von der Feldstärke sondern auch von der Zeit ab-hängt: Die Spitzen der Zick-Zack Domänen haften an - evtl. auch sichtbaren - Störungen der Schicht. Erst nach einer ge-

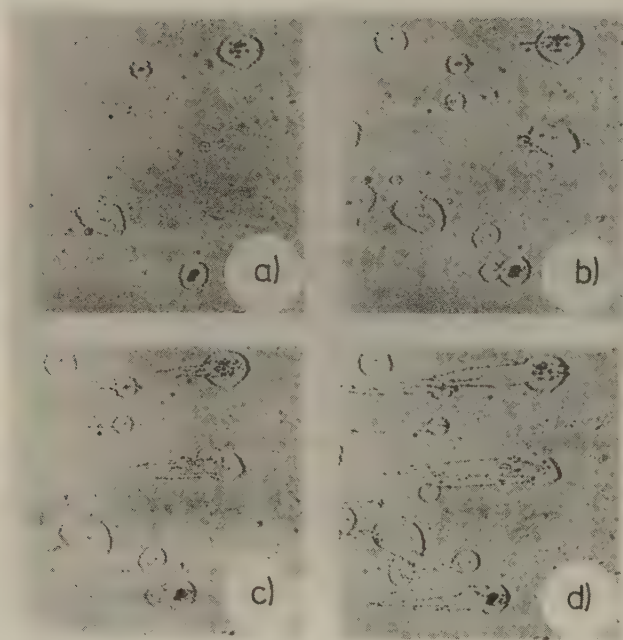


Fig. 6.5 a-d: Umkehrdomänen und ihr Wachstum mit fortschreitender Ummagnetisierung in der Fläche einer amorphen $\text{Sm}_{26,2}\text{Co}_{73,8}$ -Schicht. Die Feldachse ist etwa parallel zu den unteren Bildrändern.
(1 cm $\cong$ 20 μm)

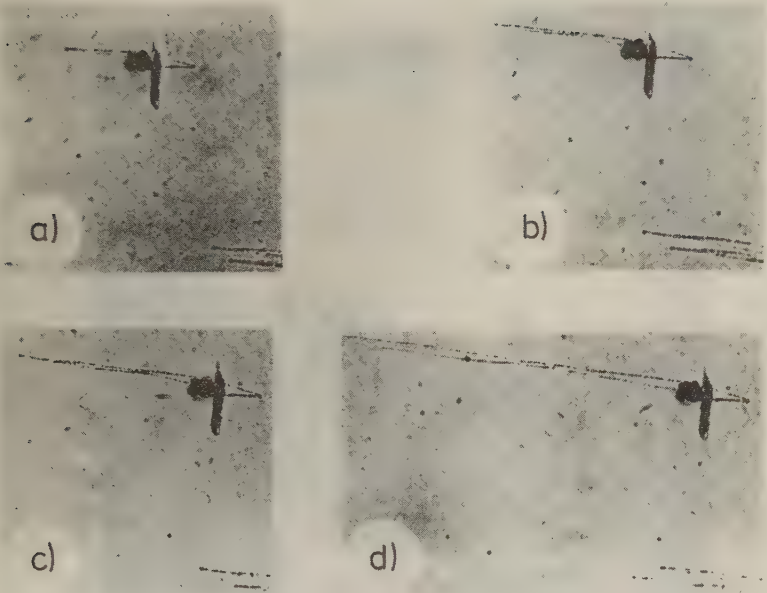


Fig. 6.6 a-d: Eine an einem Loch in einer amorphen $\text{Sm}_{17,1}\text{Co}_{82,9}$ Schicht entstandene Umkehrdomäne und ihr Wachstum mit fortschreitender Ummagnetisierung. Die Feldachse ist etwa parallel zur den unteren Bildrändern. ($1 \text{ cm} \hat{=} 35 \text{ }\mu\text{m}$)



Fig. 6.7: Ummagnetisierung von $M = \langle M \rangle$ bis $M \approx 0$ im Bild der magnetischen Bereichsaufteilung einer amorphen $\text{Sm}_{17,1}\text{Co}_{82,9}$ Schicht; Erläuterung vgl. Kap. 6.3. Abgebildet ist die ganze Probe von 4 mm Durchmesser, d.h. $1 \text{ cm} \hat{=} 400 \text{ } \mu\text{m}$.

wissen Zeit löst sich eine Spitze, und ein einzelner Sägezahn wächst in Richtung des Magnetfeldes bis zum nächsten Haftpunkt. Die Zeit, während der eine Spitze an einem Haftpunkt verharret, wird offenbar auch durch das anliegende Magnetfeld (bei konstanter Temperatur) bestimmt. Diese Beobachtungen entsprechen einem thermisch aktivierten Prozess gemäß Kap. 5.

6.3. Abhängigkeit von der Magnetisierung

Die Veränderung der Domänenkonfiguration in einer ganzen Schicht der Zusammensetzung $\text{SmCo}_{5,5}$ als Funktion der Magnetisierung (Gleichfeldremanenz) der Probe zeigt die Abbildung

6.7 . Das Bild beschreibt die Ummagnetisierung vom Zustand $M = \langle M \rangle$ bis zum etwa entmagnetisierten Zustand $M \approx 0$ in fünf Schritten. In den ganz weißen Flächen hat die Probe noch die ursprüngliche Magnetisierungsrichtung; die dunkelsten Flächen entsprechen den Bereichen, in denen die Ummagnetisierung begonnen hat, die Fläche mit dem hellsten Grauwert stellt den ummagnetisierten Bereich beim Magnetisierungszustand $M \approx 0$ dar. Man erkennt, daß die Ummagnetisierung sowohl am Rande der Probe als auch gleichzeitig an mehreren Stellen im Flächenbereich der Probe begonnen hat. Mit fortschreitender Ummagnetisierung wachsen die anfänglich vorhandenen Domänen, bis sie sich zu einem Bereich homogener, umgekehrter Magnetisierung vereinigt haben. Die Probe enthält dann im wesent-

lichen zwei von einem zum anderen Rand der Probe durchgehende Domänenwände (drei Domänen) der in Kap. 6.1. dargestellten Form.

6.4. Charakteristische Eigenschaften

Bei Domänenbeobachtungen im gesamten Zusammensetzungsbereich (bei Sm-reichen Proben mehr als bei Co-reichen) fällt auf, daß der Aufwand an Domänenwandfläche relativ groß, d.h., daß die für die Bildung einer Wand aufzuwendende Energie relativ klein ist: Es wird z.B. bei den Schichten mit hoher Samariumkonzentration häufig beobachtet, daß Domänenwände auf längeren Strecken in geringem Abstand parallel zueinander verlaufen, unter Umständen so dicht nebeneinander, daß die Möglichkeiten des Lichtmikroskops nicht ausreichen, den Verlauf beider Wände zu trennen. Ein solches Verhalten kann auch noch an Schichten der Zusammensetzung SmCo_5 hin und wieder beobachtet werden. Ein in diesem Sinne nahezu beliebiger Aufwand an Domänenwandfläche ist jedoch nur denkbar, wenn die Wandenergie gering ist.

Das Auftreten von Domänen mit extrem großem Achsenverhältnis ist ebenfalls nur denkbar, wenn die Wandenergie gering ist. In diesem Sinne ist auch die Bildung von langen, dünnen Um-magnetisierungsdomänen an Störungen der Schicht zu verstehen.

Die Diskussion der Koerzitivfeldstärke in Kap. 4.2 weist darauf hin, daß für $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten mit $x < 75$ ein Um-magnetisierungsvorgang ähnlich dem an unabhängigen Teilchen mit uniaxialer Anisotropie beobachteten für die Größe der Koerzitivfeldstärke verantwortlich ist. Dieser Gedanke und die an einer amorphen $\text{Sm}_{26,1}\text{Co}_{73,9}$ Schicht beobachtete Domänenkonfiguration (vgl. Fig. 6.2) lassen vermuten, daß die an $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten mit $x < 80$ beobachteten Domänen mit den von Craik und Isaac /50/ und Craik und Lane /51/ beobachteten Wechselwirkungsdomänen vergleichbar sind. Erst für $x > 85$ bekommen die Domänenwände den Charakter von Néel-Wänden.

7. Thermische Stabilität und Alterung

Zur Untersuchung der thermischen Stabilität amorpher $\text{Sm}_{100-x}\text{Co}_x$ Schichten wurde eine Reihe von Proben mit $x = 84,6$ in einer Charge durch den standardisierten Aufdampfprozess hergestellt. Jede einzelne Probe wurde dann in situ bei einem Druck von 10^{-7} mbar in einem Magnetfeld von 40 kA/m parallel zur leichten Achse von K_u bei der angegebenen Temperatur T_A für 30 min angelassen. Danach wurden die magnetischen Eigenschaften bei Raumtemperatur gemessen. Fig. 7.1 zeigt die Ergebnisse der Messung von H_{cx} , K_u und K_p . Alle drei Größen werden durch die Anlaßbehandlung bei Temperaturen unterhalb der Kristallisationstemperatur verkleinert. Fig. 7.2 zeigt die Nachwirkungskurven der Magnetisierung der angelassenen Proben.

Bezüglich der Änderung der magnetischen Eigenschaften können drei Bereiche der Anlaßtemperatur, T_A , unterschieden werden:

1. Im Bereich bis $T_A = 550$ K wird die Probe anscheinend chemisch homogener und topologisch isotroper. Die Abnahme von K_u und K_p ist wahrscheinlich auf eine Umorientierung der leichten Achsen der lokalen Anisotropie in Richtung auf eine räumlich isotrope Verteilung und nicht auf eine Abnahme von K_{lok} zurückzuführen. Die Nachwirkungskurve für $T_A = 425$ K in Fig. 7.2 zeigt, daß zunächst eine Relaxation von durch den Aufdampfvorgang entstandenen Inhomogenitäten eintritt, die jedoch bei $T_A = 525$ K in eine weitergehende Homogenisierung der Probe übergeht.

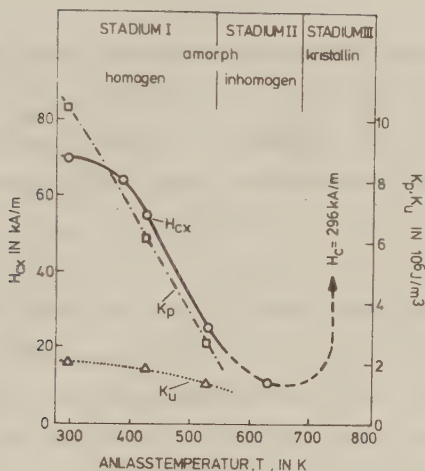


Fig. 7.1: Änderung des Koerzitivfeldes H_{cx} und der Anisotropien K_u und K_p amorpher $\text{Sm}_{15,4}\text{Co}_{84,6}$ Schichten mit der Anlaßbehandlung. Jede Probe wurde 30 min bei der angegebenen Temperatur ausgelagert.

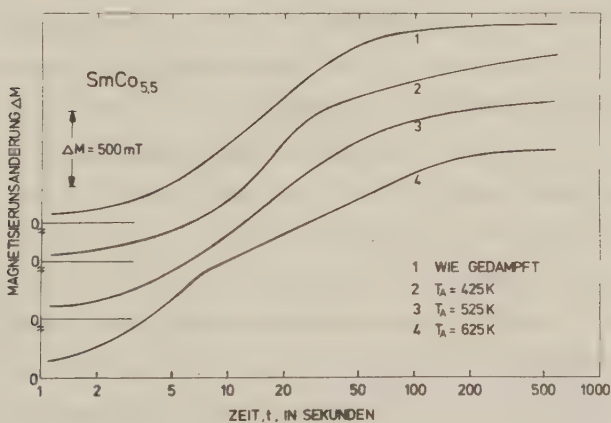


Fig. 7.2: Bei $T = 300 \text{ K}$ gemessene Nachwirkungskurven von $\text{Sm}_{15,4}\text{Co}_{84,6}$ Schichten, die bei den angegebenen Temperaturen T_A 30 min ausgelagert worden waren.

2. Bei $T_A = 625$ K werden die Proben inhomogener, als sie im Ausgangszustand waren, wie aus den entsprechenden Nachwirkungskurven in Fig. 7.2 zu schließen ist. Da H_{cx} und die Anisotropien, K_u und K_p , abgenommen haben und die quasistatische Hysteresekurve der bei $T_A = 625$ K ausgelagerten Probe deutlich runder geworden ist, erscheint es wahrscheinlich, daß sich im mikroskopischen Maßstab von einigen zehn Nanometern Bereiche gebildet haben, die magnetisch weicher als die umgebende Matrix sind. Eine Ausscheidung von (magnetisch weichem) β -Kobalt kann nicht ausgeschlossen werden. Sicher ausgeschlossen werden kann dagegen Kristallisation von $SmCo_5$, da diese zu einer Erhöhung der Koerzitivfeldstärke geführt hätte.

3. Bei einer Auslagerung bei $T_A > 700$ K kristallisierten die Proben. Die Form der Hysteresekurve zeigt gerundete Stufen und weist so darauf hin, daß die Probe nicht mehr homogen ist. Der Nachwirkungseffekt der Magnetisierung ist bei Meßzeiten bis 1000 s nicht mehr meßbar. Das Kristallisationsverhalten ist jedoch nicht einheitlich: Neben dem gerade beschriebenen Verhalten mit einem Anstieg der Koerzitivfeldstärke auf Werte bei $H_{cx} = 300$ kA/m (vgl. Fig. 7.1), wurde bei anderen Proben bei gleichartiger Behandlung nur eine Erhöhung der Koerzitivfeldstärke um etwa 30 % gegenüber dem tiefsten gemessenen Wert festgestellt. Die Hysteresekurven dieser Proben ähneln in ihrer Form sehr stark den von Stoner und Wohlfarth /23/ berechneten. In der Literatur sind beide

Verhaltensweisen beschrieben worden (/4/ und / 8, 9 /).

Da Fragen der thermischen Stabilität nicht Gegenstand der vorliegenden Arbeit waren, wurden keine weitergehenden Untersuchungen dazu durchgeführt.

Literaturverzeichnis

- 1) G. Hoffer, K. Strnat: IEEE Trans. Mag. 2, 487 (1966)
- 2) K.H. Buschow, W.A.J.J. Velge: Z. angew.Phys. 26, 157 (1969)
- 3) E. Tatsumoto, J. Okamoto, H. Fujii, C. Inoue: Suppl. J. Physique 32, C1-550 (1971)
- 4) H.C. Theuerer, E.A. Nesbitt, D.D. Bacon: J. Appl. Phys. 40, 2994 (1969)
- 5) S.A. Bendson, J.H. Judy: IEEE Trans. Mag. 9, 627 (1973)
- 6) R. Allen, R.D. Nelson: Tech. Rept., AFML-Tr-74-87, (1974)
- 7) K. Kumar, D. Das, E. Wettstein: J. Appl. Phys. 49, 2052 (1978)
- 8) C. Zhang, R. Liu, G. Feng: IEEE Trans. Mag. 16, 1215 (1980)
- 9) M. Gronau, S. Methfessel: Forschungsber. d. Landes Nordrhein-Westfalen Nr. 3004 (1981)
- 10) M. Gronau, H. Goeke, S. Methfessel: Proc. 4th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals (Sendai, 1981), 897 (1981)
- 11) M. Gronau, S. Methfessel: IEEE Trans. Mag. 17, 3105 (1981)
- 12) M. Gronau: Proc. 6th Intern. Workshop on RE-Co Perm. Magn. and their Applic. u. 3rd Intern. Symp. Magn. Anis. and Coerc. in RE-TM Alloys, Baden/Vienna Austria (Aug. 31-Sept. 3, 1982), 643 (1982)
- 13) T. Tanaka, M. Yoshida, S. Takahashi, A. Tasaki: Jap. J. Appl. Phys. 21, L 619 (1982)
- 14) V. Geiss, E. Kneller, A. Nest: Appl. Phys. A27, 79 (1982)
- 15) A. Nest, E. Kneller, V. Geiss: Appl. Phys. A27, 177 (1982)
- 16) F. Tolansky: "Multiple Beam Interferometry of Surfaces and Films", Oxford 1948
- 17) H.R. Kirchmayr, D. Mach: Z. Metallkunde 55, 247 (1964)
- 18) S. Foner: Rev. Sci. Instr. 27, 548 (1956)
S. Foner: Rev. Sci. Instr. 30, 648 (1959)
und unabhängig von diesen Arbeiten
G.W. van Oosterhout: Appl. Sci. Res. B6, 101 (1956)

- 19) R.F. Penoyer: Rev. Sci. Instr. 30, 711 (1959)
- 20) O. Lindenmaier: Diplomarbeit, TH Stuttgart (1966)
- 21) R. Gerber, F. Villim: J. Sci. Instr. Ser.2, 1, 389 (1968)
- 22) R.F. Pearson: Magnetic Anisotropy, in: Experimental Magnetism Vol. 1, eds.: G.M. Kalvius, R.S. Tebble, J. Wiley 1979; S. 179 ff.
- 23) E.C. Stoner, E.P. Wohlfarth: Philos. Trans. R. Soc. London Ser. A 240, 599 (1948)
- 24) E. Kneller: "Ferromagnetismus", Springer Verlag 1962
- 25) K.H.J. Buschow, A.S. van der Good: J. Less Common Metals, 14, 323 (1968)
- 26) Y. Khan: phys. stat. sol. (a) 21, 69 (1974)
Y. Khan: phys. stat. sol. (a) 23, 425 (1976)
- 27) M.G. Benz, D.L. Martin: J. Appl. Phys. 43, 4733 (1972)
- 28) C. Zener: Phys. Rev. 96, 1335 (1954)
- 29) W.F. Carr Jr.: Phys. Rev. 109, 1971 (1958)
- 30) E.A. Nesbitt, J.H. Wernick: "Rare Earth Permanent Magnets" New York 1973
E. Tatsumoto, T. Okamoto, H. Fujii, C.J. Inque: J. Phys. Suppl. 32, C1,550 (1971)
A.S. Yermolenko: Proc. Int. Conf. on Magnetism, Moscow 1973, p. 231
- 31) R. Harris, M. Plischke, M.J. Zuckermann: Phys. Rev. Lett. 31, 160 (1973)
- 32) M.C. Chi, R. Alben: AIP Conf. Proc. 34, 316 (1976)
und: J. Appl. Phys. 48, 2987 (1977)
- 33) E. Callen, Y.J. Liu, J.R. Cullen: Phys. Rev. B 16, 263 (1977)
- 34) E. Kneller: Private Mitteilung
- 35) K. Schüler: Z. Metallkunde 52, 492 (1961)
- 36) S. Shtrikman, D. Treves: J. Phys. Rad. 20, 286 (1957)
- 37) I.S. Jacobs, F.E. Luborsky: J. Appl. Phys. 28, 467 (1957)
- 38) I.S. Jacobs, C.P. Bean: Phys. Rev. 100, 1060 (1955)
- 39) H. Kronmüller: Nachwirkung in Ferromagnetika, Springer Tracts in Natural Philosophy, Vol. 12, Springer Verlag 1968
- 40) M. Lambeck: Barkhausen-Effekt und Nachwirkung in Ferromagnetika, de Gruyter Verlag, Berlin 1971

- 41) S. Chikazumi, S.H. Charap: "Physics of Magnetism"
Krieger Verlag, 1978
- 42) E. Kneller: Theorie der Magnetisierungskurve kleiner
Kristalle, in: Handbuch der Physik, Hrsg. S. Flügge
und H.P.J. Wijn, Springer Verlag 1966
- 43) L. Néel: Compt. rend. A 228, 664 (1949)
- 44) L. Néel: Ann. géophys. 5, 99 (1949)
- 45) W.F. Brown, Jr.: J. Appl. Phys. 30 Suppl., 120 S (1959)
- 46) D.J. Craik, R.S. Tebble: "Ferromagnetism and Ferromagnetic
Domains", North Holland 1965
- 47) A. Hubert: IEEE Trans. Mag. 15, 1251 (1979)
- 48) R.C. Taylor: IEEE Trans. Mag. 16, 902 (1980)
- 49) M. J. Freiser: IBM J. Res. Develop. 23, 330 (1979)
- 50) D.J. Craik, E.D. Isaac: Proc. Phys. Soc. B 70, 817 (1960)
- 51) D.J. Craik, R. Lane: Brit. J. Appl. Phys. 18, 1269 (1967)

Diese Arbeit entstand am Institut für Werkstoffe der Elektrotechnik an der Ruhr-Universität Bochum. Dem Leiter des Instituts, Herrn Prof. Dr. E. Kneller, danke ich herzlich, daß er mir die Durchführung der Arbeit an seinem Institut ermöglicht und sie stets mit großem Interesse, wertvollen Ratschlägen und klärenden Diskussionen gefördert hat.

Herrn Dr. Ing. V. Geiss danke ich für die freundschaftliche und sachkundige Art, in der er meine Arbeit begleitet hat.

Dank gebührt allen Kolleginnen und Kollegen im Institut für ihre Hilfe, insbesondere Herrn Dr. Y. Khan für seine Hilfe bei der Durchführung und Auswertung der Röntgen-Beugungsaufnahmen, Frau B. Lüpkes für ihre Hilfe bei den RFA-Messungen und Schichtdickenbestimmungen, Frau R. Müller für die Durchführung der photographischen Arbeiten und Frau I. Scott für ihre Mühe und Sorgfalt beim Schreiben der vorliegenden Arbeit.

Bildungsgang

- 08.08.1949 geboren in Hannover als Sohn des Diplom-Ingenieurs
Werner Nest und seiner Frau Martha, geb. Hage
- April 1956 Aufnahme in die ev. Volksschule an der Bergstraße
in 4690 Herne
- April 1960 Aufnahme in das Pestalozzi Gymnasium in Herne
- 29.05.1968 Reifeprüfung am städtischen mathematisch-natur-
wissenschaftlichen Jungengymnasium in Herne
- WS 1968 Studienbeginn an der Ruhr-Universität Bochum
mit Hauptfach Mathematik
- WS 1969 Wechsel des Studienfachs zum Hauptfach Physik
- 25.03.1971 Diplom-Vorprüfung im Fach Physik
- 23.03.1977 Diplom-Hauptprüfung im Fach Physik
- 01.06.1977 Einstellung als wissenschaftliche Hilfskraft am
Institut für Werkstoffe der Elektrotechnik (IWE)
von Prof. Dr. E. Kneller der RUB
- 01.01.1979 Einstellung als wissenschaftlicher Assistent
m.d.V.b. am IWE
- seit
01.12.1979 Wissenschaftlicher Assistent am IWE

